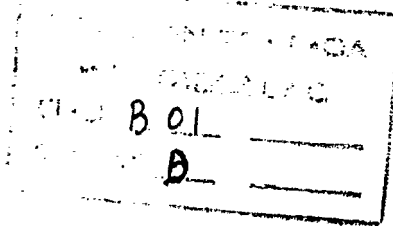


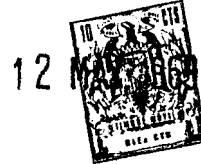
367139



P - 41.504

P 6405 Sp

Memoria descriptiva



12 MAY. 1969

para solicitar PATENTE DE INVENCION **por 20 años**

a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ N.V.


entidad / ~~Nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en Carel van Bylandtlaan 30, La Haya, Holanda.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE UN COMPONENTE A PARTIR DE UNA MEZCLA LIQUIDA QUE CONTIENE DICHO COMPONENTE" (Clase Internacional B01d).

3.5.69

12 MAY 1960



5 La invención se refiere a un procedimiento pa-
ra la separación de un componente a partir de una mezcla
líquida, por cristalización selectiva de dicho componente
y separación subsiguiente de los cristales formados. Se-
gún un procedimiento conocido de este tipo, una mezcla que
contiene el componente que ha de ser recuperado es pue-
ta en contacto directamente, en una zona de enfriamiento,
en contracorriente, con un líquido de enfriamiento que es
10 inmisible con la mezcla o con las aguas madres. De esta
forma es obtenida una masa enfriada que consta de una sus-
pensión de cristales en las aguas madres. Los cristales
formados en un procedimiento de este tipo pueden ser muy
pequeños, por ejemplo, de 100 micras. Esto significa que,
tras la filtración o centrifugación para separar los cris-
tales de la suspensión, aún hay presente entre los cris-
15 tales una cantidad relativamente grande de las aguas ma-
dres. Usualmente, la purificación adicional de los cris-
tales requiere entonces técnicas especiales, que son ca-
ras y complicadas. Con el procedimiento de cristalización
según la invención se obtienen mejoras sustanciales con
20 respecto a este punto, entre otros.

25 El procedimiento según la invención es de par-
ticular importancia para la separación de componentes cris-
talizables a partir de mezclas de los mismos con sustan-
cias similares, especialmente en los casos en los que di-
chos componentes no pueden ser separados fácilmente por
otros métodos, por ejemplo por destilación. Así, el pro-
cedimiento de la presente invención puede ser aplicado con
éxito para el desparafinado de aceites parafínicos. Otra
30 aplicación importante consiste en la separación de p-xileno

5 a partir de mezclas que contienen también compuestos aromáticos isoméricos. Estas mezclas que contienen p-xileno pueden provenir, por ejemplo de procedimientos en los que son unidos con deshidrogenación, y ciclados, hidrocarburos alifáticos inferiores, o bien pueden ser obtenidas como productos de reformado en procedimientos de reformación. En las mezclas corrientes que contienen p-xileno, la concentración de éste es generalmente inferior al 50%, y en muchos casos se encuentra en el intervalo de 12-22%. Para la mayoría de las aplicaciones comerciales del p-xileno, éste compuesto se requiere con elevada pureza, es decir, con pureza superior al 99%. Como ejemplo puede citarse el empleo de p-xileno como material de base en la preparación de ciertas fibras de poliésteres. La presencia de incluso pequeñas cantidades de isómeros del p-xileno en el procedimiento de polimerización empleado para dicho fin, da como resultado productos con propiedades menos ventajosas que las de los productos obtenidos a partir de p-xileno puro. Por esta razón, el p-xileno destinado a estas aplicaciones ha de tener una pureza de al menos 99'5%. En el procedimiento según la invención, este objetivo se consigue por medio de la selección de un refrigerante que moja preferentemente los cristales formados en la zona de enfriamiento, de modo que los cristales son dispersados preferentemente en el refrigerante.

25
30 La invención puede ser definida como referente a un procedimiento para la separación de un componente a partir de una mezcla líquida que contiene dicho componente, poniendo en contacto directamente la mezcla, en una zona de enfriamiento y en contracorriente, con un refrigerante



12 MAY 1959

líquido sustancialmente inmiscible, de tal modo que se forman cristales del componente que ha de ser separado, procedimiento en el que es aplicado un refrigerante líquido en el que son dispersados preferentemente los cristales formados, siendo retirada de la zona de enfriamiento la suspensión así resultante de cristales en el refrigerante, y siendo recuperado de la suspensión el componente deseado. Los cristales se forman como resultado de un descenso en la temperatura de la mezcla y en principio están presentes aún en las aguas madres restantes. No obstante, a causa de las propiedades, como se han mencionado anteriormente, del refrigerante seleccionado, los cristales son recuperados fácilmente en líquido de enfriamiento. Ya en ese momento los cristales son separados de las aguas madres, aunque una pequeña cantidad de aguas madres, que aparentemente se adhiere a los cristales, puede ser absorbida igualmente en el líquido de enfriamiento. Sin embargo, esta cantidad es mucho más pequeña que la que queda entre los cristales en los procedimientos conocidos.

Se consigue una alta eficiencia si la tensión interfacial entre el refrigerante y las aguas madres no es superior a 5 dinas/cm. Cuanto más baja es la tensión interfacial entre el refrigerante líquido y las aguas madres, más fácilmente pasarán los cristales al refrigerante.

Para favorecer el procedimiento de la humectación en los cristales por el refrigerante líquido, es aconsejable hacer que la zona de enfriamiento comprenda al menos dos fases teóricas de mezclado. El concepto "fase o etapa teórica de mezclado" permite indicar de modo más preciso el carácter del flujo a través de una zona en la que tiene lugar un procedimiento. Se dice que una zona comprende n fa-



ses o etapas teóricas de mezclado cuando la distribución o dispersión del tiempo de residencia de los elementos de volumen de la corriente suministrada a la zona es de hecho igual a la de n mezcladores ideales comunicados en serie.

5 En un mezclador ideal, la composición de las sustancias contenidas es la misma en cualquier punto. En el caso de ser aplicadas dos etapas teóricas de mezclado, la variación en el tiempo de residencia del refrigerante, que se considera preferiblemente como la fase dispersada durante el procedimiento de poner en contacto en contracorriente 10 la mezcla con el refrigerante líquido, y de los cristales y las aguas madres en la zona de enfriamiento o refrigeración, es ya bastante pequeña, de modo que cada elemento de volumen de las sustancias contenidas de la zona de enfriamiento es sometido a aproximadamente el mismo tratamiento. 15 Bajo estas condiciones se favorece el crecimiento de los cristales. Como resultado, se hace más pequeña la superficie límite específica de los cristales, y por tanto, es reducida la cantidad de aguas madres arrastradas en forma de película líquida sobre los cristales. 20

Un procedimiento preferido para crear varias fases de mezclado en la zona de enfriamiento consiste en el empleo de un dispositivo de reacción cilíndrico colocado verticalmente, en el que hay presente un dispositivo agitador que consta de un eje de agitación provisto de discos 25 giratorios paralelos.

Es aplicado preferiblemente un refrigerante que tiene un peso específico comprendido entre el peso específico de las aguas madres y el de los cristales. En el caso 30 de ser separado p-xileno de otros compuestos aromáticos isó



meros, el peso específico de los cristales es superior al de las aguas madres, de modo que los refrigerantes preferidos tienen un peso específico superior al de las aguas madres pero inferior al de los cristales. El refrigerante es la fase dispersa en este caso, y desciende a través de las aguas madres. En la superficie de las gotas de refrigerante frío se forman cristales. Estos cristales son más densos que las aguas madres, de modo que descienden juntamente con las gotas de refrigerante. Durante este des censo, los cristales pueden ya penetrar en las gotas de refrigerante. Los cristales que no han sido aún absorbidos alcanzan la interfase entre el refrigerante y las aguas madres en la parte inferior de la zona de refrigeración. Como el refrigerante tiene un peso específico inferior al de los cristales, éstos penetran en el refrigerante a través de la capa interfacial, lo que es fácil para los cristales, ya que es baja la tensión interfacial entre los dos líquidos. Incluso un pequeño efecto neto de gravedad sobre los cristales en las aguas madres es ya suficiente.

Por otro lado, en las realizaciones del procedimiento según la invención en las que se obtienen cristales con un peso específico inferior al de las aguas madres, se prefieren los refrigerantes con un peso específico inferior al de las aguas madres pero más alto que el de los cristales. Estos refrigerantes forman, en la parte superior de la zona de enfriamiento, una capa continua de líquido, que se une a las aguas madres.

La energía mecánica engendrada por los agitadores o por los discos giratorios en la zona de enfriamiento



112

durante el contacto entre el refrigerante líquido dispersado y las aguas madres continuas, puede significar también una contribución importante a la energía que se requiere para hacer que los cristales penetren en el refrigerante líquido. Estos medios mecánicos pueden utilizarse con el fin de crear fases o etapas de mezcla en la zona de enfriamiento.

Los refrigerantes adecuados para ser empleados en la separación de p-xileno de una mezcla de compuestos aromáticos isómeros comprenden el agua y disolventes orgánicos acuosos, tales como agua que contiene una sustancia que disminuye el punto de congelación. Los rebajadores del punto de congelación recomendados incluyen los alcoholes mono- y polivalentes, tales como el etanol, metanol, isopropanol, etilenglicol y similares. Son preferidos los alcoholes inferiores, en particular el metanol. Son ejemplos de refrigerantes muy adecuados las mezclas de agua y metanol que contienen no más de 75% de vol. de metanol, y preferiblemente de 60-70 en vol. de metanol. Una mezcla muy satisfactoria contiene 65% en vol. de metanol. A una temperatura de -40°C , esta mezcla tiene una densidad de $0,94 \text{ g/cm}^3$. Esta densidad es intermedia entre las densidades, a aproximadamente la misma temperatura, de las aguas madres y de los cristales de p-xileno, que son, respectivamente, de $0,92 \text{ g/cm}^3$ y $1,06 \text{ g/cm}^3$. La densidad del refrigerante puede ser ajustada, si se desea, por medio de sustancias que aumentan la densidad, tales como sales disueltas, por ejemplo Cl_2Ca o sustancias orgánicas, tales como hidroxietéres. A este respecto se recomienda los glicol éteres, en particular el metil celosolve.



Preferiblemente, los refrigerantes aplicados según la invención comprenden uno o más agentes tensioactivos. Los agentes tensioactivos recomendados incluyen los jabones de ácidos grasos, los sulfonatos de petróleo, los productos de etoxilación de alcoholes de cadena larga, y similares.

5 Los agentes tensioactivos preferidos comprenden los alcoholbenceno sulfonatos de metales alcalinos; se prefiere en particular el dodecibenceno sulfonato de sodio.

Las propiedades de agentes tensioactivos presentes en los refrigerantes según la invención pueden ser variadas en cierto grado, pero usualmente no exceden del 3% en peso del refrigerante. Las proporciones preferidas están en el intervalo de desde 0'01 a 1% y en particular en el intervalo de desde 0'03% a 0'15% en peso.

10

Para el desparafinado de un aceite parafínico, un procedimiento preferido consiste en mezclar el aceite parafínico con un disolvente pesado, tal como el dicloroetano, que a la temperatura de trabajo disuelve el aceite, pero deja que la parafina se separe enteramente o quede sustancialmente no disuelta, estando formadas así las aguas madres por el disolvente juntamente con el aceite. El refrigerante líquido puede constar de agua o de disoluciones acuosas, por ejemplo agua que contiene una sustancia que disminuye el punto de congelación. Preferiblemente, el refrigerante comprende una sustancia tensioactiva. También en este caso se recomiendan los agentes tensioactivos antes citados, en particular el dodecibenceno sulfonato de sodio.

15

20

25

El refrigerante es introducido en la zona de refrigeración a una temperatura baja, usualmente en el intervalo de desde -40°C hasta -85°C. Es muy satisfactoria una tempe-

30



ratura seleccionada en el intervalo de desde -60°C a 80°C .
Según una realización preferida, se escogen las condiciones de modo que la suspensión de cristales en el refrigerante, cuando sale de la zona de enfriamiento, tiene una temperatura que es como máximo igual a la temperatura a la que el p-xileno empieza a cristalizar a partir de la mezcla. Partiendo, por ejemplo, de una mezcla que contiene 20% de p-xileno, esta temperatura es de aproximadamente -40°C . Esta selección de la temperatura apropiada permite que cristalice un elevado tanto por ciento del p-xileno presente en la mezcla de compuestos aromáticos isómeros. Las aguas madres, por consiguiente, constan principalmente de una mezcla de m- y o-xileno.

La suspensión de cristales en el refrigerante líquido es descargada de la zona de refrigeración. El componente deseado es recuperado de la suspensión por métodos convencionales, tales como la filtración o la centrifugación. Cualquier cantidad de refrigerante que quede adherido puede ser separada adecuadamente de los cristales por fusión de los mismos, y decantación posterior. Asimismo, la masa de cristales obtenida a partir de la suspensión puede ser purificada posteriormente lavando la masa de cristales con un líquido de lavado, con el fin de separar cualquier pequeña cantidad de aguas madres. El tratamiento de lavado es efectuado de modo adecuado a una temperatura inferior al punto de fusión de los cristales, preferiblemente con un líquido que es totalmente o sustancialmente inmiscible con el componente deseado. Es muy adecuado un líquido de lavado de la misma composición que el refrigerante líquido. Aplicado el método a la separa-



ción de p-xileno, de esta forma puede obtenerse fácilmente p-xileno con una pureza superior a 99'0%, por ejemplo una pureza de al menos 99'5%.

5 Se obtienen resultados aún más favorables cuando el lavado de la masa de cristales es efectuado en al menos dos fases o etapas, en cada una de las fases a una temperatura superior a la de la fase anterior, pero siempre a una temperatura inferior al punto de fusión del componente que ha de ser separado. Puede citarse como ejemplo 10 el lavado de p-xileno efectuado de tal modo que el lavado tiene lugar en dos etapas, a -40°C y a 0°C. A -40°C la composición de equilibrio del líquido ocluido en los cristales es de 20% de p- y 80% de m-/o-xileno. A un cierto tamaño de cristales, después del lavado este líquido puede 15 estar presente alrededor de los cristales en una proporción de 2 partes de líquido por 95 partes de cristales. La masa de cristales es tratada de nuevo ahora con el mismo líquido de lavado a 0°C. A 0°C la composición de equilibrio del líquido presente alrededor de los cristales es de 20 70% de p- y 30% de m-/o-xileno. Algo de p-xileno habrá pasado de la fase cristalina a la fase líquida, de modo que ahora queda presente alrededor de los cristales líquido orgánico en una proporción de aproximadamente 2 partes por 92 partes de cristales. En esta fase la fusión de los cristales 25 daría como resultado p-xileno con una pureza de 99'5% siendo el rendimiento de 92%, con respecto a la cantidad introducida. Aumentando la temperatura, el líquido de equilibrio se hace aún más rico en p-xileno. En cada aumento de temperatura funde algo de p-xileno, hasta que, en 30 combinación con la cantidad que se adhiere de m-/o-xileno,



se alcanza la composición de equilibrio. Para obtener un alto rendimiento de p-xileno es importante hacer que se mantenga pequeña la proporción de m-/o-xileno en los cristales. La masa de cristales resultante es separada adecuadamente del líquido de lavado aún presente entre los cristales por fusión de éstos. Se forman dos capas líquidas que pueden ser separadas por decantación. Si se aplica como líquido de lavado una mezcla de agua-metanol, las trazas de metanol que pueden estar aún presentes pueden ser separadas por lavado con agua, y las trazas de agua pueden ser separadas con un agente desecante.

La invención es ilustrada además por medio de la Figura del dibujo anexo. En esta figura se muestra esquemáticamente una realización preferida para la separación de p-xileno de una mezcla de xilenos. La zona de enfriamiento 1 cilíndrica está provista de un agitador 2, que consta de un eje con varios discos redondos planos. Una mezcla líquida de xilenos es introducida en la zona de enfriamiento 1 a través de las conducciones 3 y 30. A través de la conducción 4 es introducido refrigerante líquido. En la zona de enfriamiento 4 es introducido refrigerante líquido. En la zona de enfriamiento, el refrigerante está presente en forma de gotas dispersadas en líquido orgánico. En la parte inferior de la zona de enfriamiento se forma una capa continua de refrigerante, en la que son dispersados los cristales de p-xileno formados como resultado de la acción de enfriamiento del refrigerante. A través de la conducción 5 sale de la zona de enfriamiento una suspensión de cristales de p-xileno en refrigerante, y por la conducción 6 salen aguas madres.

12 MAY 1969

Por medio de cambiadores de calor 7 y 8, el refrigerante líquido es puesto a la temperatura baja deseada, y la mezcla entrante de xilenos lo es por medio del cambiador de calor 9.

5 La suspensión entra en un filtro 10 a través de la conducción 5. El líquido procedente del filtro 10, que consta principalmente de refrigerante líquido con una pequeña cantidad de líquido orgánico, entra en un sedimentador 12 a través de la conducción 11. La capa inferior de líquido existente en el sedimentador 12 consta de refrigerante líquido, que es reciclado a la zona de enfriamiento a través de la conducción 4. La capa superior de líquido del sedimentador 12 es líquido orgánico, que es combinado, por medio de la conducción 13, con el líquido procedente de la conducción 3. La masa de cristales obtenida sobre el filtro 10 es llevada al filtro 15 a través de la conducción 14, para ser sometida a una primera operación de lavado. Puede ser omitido el filtro 10. La separación de la masa de cristales del refrigerante puede tener lugar en la parte inferior del sedimentador 12. A través de la conducción 16 se hace pasar al filtro 15 líquido de lavado, que es llevado a la temperatura deseada por medio del cambiador de calor 17. El efluente es hecho pasar, a través de la conducción 18, a un sedimentador 19, desde el cual es reciclado líquido de lavado a través de las conducciones 20 y 16, y por medio de la conducción 21, una pequeña cantidad de líquido orgánico es hecha pasar, a través de las conducciones 29 y 30, a la zona de enfriamiento.

30 La masa de cristales obtenida sobre el filtro 15



es llevada sobre el filtro 22 a través de la conducción 23, para ser sometida a una segunda operación de lavado. Los filtros 15 y 22 pueden ser sustituidos por centrifugadoras. A través de la conducción 24 es hecho pasar al
5 filtro 22 líquido de lavado, que es puesto a la temperatura deseada por medio del cambiador de calor 25. La temperatura del líquido de lavado para el filtro 22 es más alta que para el filtro 15. El efluente es hecho pasar, a través de la conducción 26, a un sedimentador 27, a par
10 tir del cual es obtenido líquido de lavado a través de la conducción 28, y, a través de la conducción 29, una pequeña cantidad de líquido orgánico que es combinado con las corrientes de líquido a través de las conducciones 3, 13 y 21, corriente combinada que es introducida en la zo
15 na de refrigeración 1 a través de la conducción 30. El líquido de lavado procedente de 28 es reciclado a 24, El producto final de p-xileno es descargado a través de la conducción 31.

EJEMPLO

20 Fue separado p-xileno de una mezcla de o-, m- y p-xileno, utilizando el aparato mostrado en la figura del dibujo. La longitud interior de la zona de enfriamiento era de 200 cm., y el diámetro interior de 4'3 cm. El agitador estaba provisto de discos con un diámetro de 1,6
25 cm., siendo de 2'0 cm . la distancia entre discos contiguos. La velocidad del agitador era de 200 rpm. La composición, tanto del refrigerante líquido como del líquido de lavado, era de 60% en vol. de metanol, y 40% en vol. de agua que contenía 0'1% en peso de dodecibenceno sul
30 fonato de sodio. En la tabla siguiente se dan las rela-



ciones de corrientes a través de varias conducciones, basadas en 100 unidades de masa por unidad de tiempo para la introducción de una mezcla de xilenos a través de la conducción 3.

3.5.69



T A B L A

Conducción	Material	Temp., °C	Cantidad masa/ tiempo	Xilenos, masa/tiempo		
				Cristales de para-	Líquido meta-orto	
3	Mezcla de entrada	ambiente	100	-	40	60
6	Aguas Madres	-31	83,4	-	23,4	60
4	Refrigerante	-36	150			
5	Suspensión de cristales	-19	Aprox. 21,2 150 (refrigerante)	18,2	1,2	1,8
11	Efluente del filtro	-19	Aprox. 1,5 150 (refrigerante)		0,6	0,9
14	Masa de cristales	-19	19,7	18,2	0,6	0,9
13	Aguas Madres	-19	1,5		0,6	0,9
16	Líquido de lavado	-19	100			
23	Masa de cristales	-19	18,5	18,2	0,1	0,2
18	Efluente del filtro	-19	Aprox. 1,2 100 (líquido de lavado)		0,5	0,7
20	Líquido de lavado	-19	100			
21	Aguas madres	-19	Aprox. 1,2		0,5	0,7
24	Líquido de lavado	+9	100			
26	Efluente del filtro	+9	Aprox. 1,9 100 (líquido de lavado)		1,7	0,2
28	Líquido de lavado	+9	Aprox. 100			
29	Aguas madres	+9	1,9		1,7	0,2
30	Alimentación a la zona de enfriamiento	-19	104,6		42,8	61,8
31	Masa de cristales	+9	16,6	16,3	0,27	0,03

T A B L A

Conducción	Material	Temp., °C	Cantidad masa/tiempo
3	Mezcla de entrada	ambiente	100
6	Aguas Madres	-31	83,4
4	Refrigerante	-36	150
5	Suspensión de cristales	-19	Aprox. 21,2 150 (refrigerante)
11	Efluente del filtro	-19	Aprox. 1,5 150 (refrigerante)
14	Masa de cristales	-19	19,7
13	Aguas Madres	-19	1,5
16	Líquido de lavado	-19	100
23	Masa de cristales	-19	18,5
18	Efluente del filtro	-19	Aprox. 1,2 100 (líquido de lavado)
20	Líquido de lavado	-19	100
21	Aguas madres	-19	Aprox. 1,2
24	Líquido de lavado	+9	100
26	Efluente del filtro	+9	Aprox. 1,9 100 (líquido de lavado)
28	Líquido de lavado	+9	Aprox. 100
29	Aguas madres	+9	1,9
30	Alimentación a la zona de enfriamiento	-19	104,6
31	Masa de cristales	+9	16,6



T A B L A

Cantidad masa/tiempo	Xilenos, masa/tiempo		
	Cristales de para-	para-	Liquido meta-orto
100	-	40	60
83,4	-	23,4	60
150			
Aprox. 21,2 150 (refrigerante)	18,2	1,2	1,8
Aprox. 1,5 150 (refrigerante)		0,6	0,9
19,7	18,2	0,6	0,9
1,5		0,6	0,9
100			
18,5	18,2	0,1	0,2
Aprox. 1,2 100 (liquido de lavado)		0,5	0,7
100			
Aprox. 1,2		0,5	0,7
100			
Aprox. 1,9 100 liquido de lavado)		1,7	0,2
Aprox. 100			
1,9		1,7	0,2
104,6		42,8	61,8
16,6	16,3	0,27	0,03



12 MAY

5 El producto final, obtenido después de fundir la masa de cristales citada en último lugar, es p-xileno con una pureza de 99'8%. El rendimiento, basado en el p-xileno presente en la mezcla de entrada, alcanza el 71%. Este rendimiento aumenta cuando es más baja la temperatura del líquido refrigerante.

10 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, con fecha 13 de Mayo de 1968, bajo los números 22544/68 y 22545/68 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15 N O T A

20 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:

25 1.-Un procedimiento para la separación de un componente a partir de una mezcla líquida que contiene dicho componente, poniendo directamente en contacto la mezcla, en una zona de enfriamiento y en circulación en contracorriente, con un refrigerante líquido sustancialmente inmiscible, de tal modo que se forman cristales del componente que ha de ser separado, caracterizado por aplicar un refrigerante líquido en el que se dispersan preferentemente los cristales formados, separar de la zona de
30



enfriamiento la suspensión así resultante de cristales en el refrigerante, y recuperar el componente deseado a partir de la suspensión.

5 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que es separado p-xileno de una mezcla líquida que contiene también compuestos aromáticos isómeros.

10 3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que es separado p-xileno de una mezcla líquida en la que la concentración de p-xileno está en el intervalo de 12-22%.

15 4.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el refrigerante líquido en el que se dispersan preferentemente los cristales formados tiene una tensión interfacial con respecto a las aguas madres restantes de 5 dinas/cm como máximo.

5.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que es aplicado un refrigerante líquido que comprende agua y un rebajador del punto de congelación.

20 6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que el rebajador del punto de congelación es un alcohol inferior.

25 7.- Un procedimiento según las reivindicaciones 5 ó 6, en el que el rebajador del punto de congelación es metanol.

8.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que es aplicado un refrigerante líquido que tiene como máximo 75% en vol de metanol.

30 9.- Un procedimiento según la reivindicación 8,

12 MAY 1969

en el que la proporción de metanol está en el intervalo de 60-70% en volumen.

5 10.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que es aplicado un refrigerante líquido cuyo peso específico está entre el peso específico de los cristales formados y el de las aguas madres.

10 11.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en el que es aplicado un refrigerante líquido que contiene una sustancia que aumenta la densidad.

12.- Un procedimiento según la reivindicación 11, en el que la sustancia que aumenta la densidad es Cl_2Ca .

15 13.- Un procedimiento según la reivindicación 11, en el que la sustancia que aumenta la densidad es un glicol éter.

20 14.- Un procedimiento según la reivindicación 13, en el que la sustancia que aumenta la densidad es metil celosolve.

15.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-14, en el que es aplicado un refrigerante líquido que comprende un agente tensioactivo.

25 16.- Un procedimiento según la reivindicación 15, en el que el agente tensioactivo es un alcohol benceno sulfonato.

17.- Un procedimiento según las reivindicaciones 15 ó 16, en el que el agente tensioactivo es dodecílbenzeno sulfonato de sodio.

30 18.- Un procedimiento según cualquiera de las

12 MAY



reivindicaciones 15-17, en el que la proporción de agente tensioactivo está en el intervalo de desde 0'01 a 1% en peso, con respecto al refrigerante líquido.

5 19.- Un procedimiento según la reivindicación 18, en el que la proporción de agente tensioactivo está en el intervalo de desde 0'03 a 0'15% en peso, con respecto al peso de refrigerante.

10 20.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-19, en el que el refrigerante líquido es introducido en la zona de enfriamiento a una temperatura en el intervalo de desde -60°C a -80°C.

15 21.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-20, en el que el contacto entre la mezcla líquida y el refrigerante líquido es efectuado en una zona de enfriamiento en la que hay presente un dispositivo agitador provisto de varios discos paralelos.

20 22.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-21, en el que el componente deseado de la mezcla, una vez recuperado a partir de la suspensión por métodos convencionales, es lavado con un líquido de lavado en al menos dos fases o etapas de lavado, siendo efectuada cada una de las fases a una temperatura superior a la de la fase anterior, permaneciendo no obstante la temperatura por debajo del punto de fusión de dicho componente.
25

23.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-22, en el que el líquido de lavado tiene la misma composición que el refrigerante líquido.

30 24.- Un procedimiento para la separación de un componente a partir de una mezcla líquida que contiene di-



cho componente.

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.

5

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

Madrid, 12 MAY. 1969

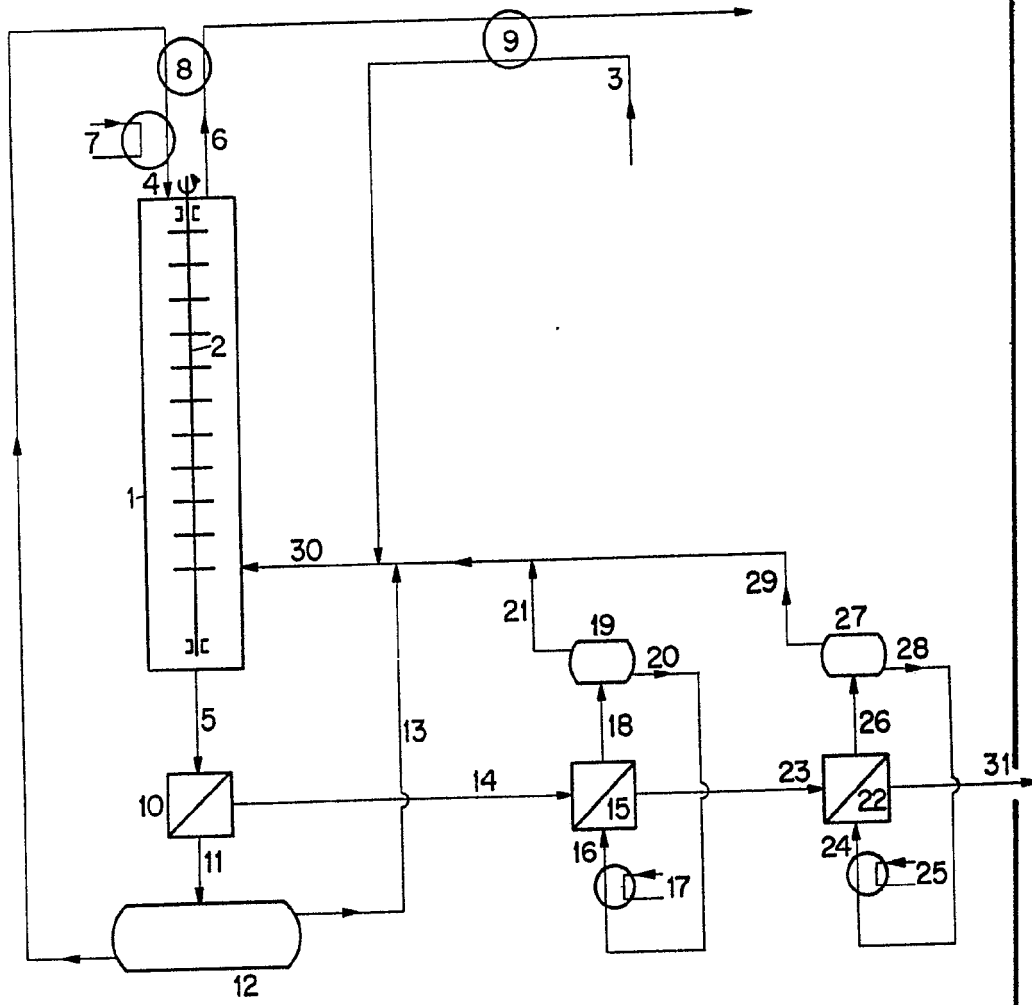
P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder.

3.5.69

AMC/

12



Alberto de Elizaburu
Por Pedar. *[Signature]*