

381410

P.- 44.922

69/152 f komb

381410

Memoria descriptiva

076

SECCION TRINCA
CLASIFICACION C
CLASE <u>C07</u>
SUBCLASE <u>c</u>



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de FRIED. KRUPP GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER
HAFTUNG

entidad / de nacionalidad alemana

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

por: "PROCEDIMIENTO PARA OBTENER PARA-XILENO CON UN GRADO
DE PUREZA SUPERIOR A 99% EN PESO" (Clase Internacio-
nal C07c)

381410



El presente invento se refiere a un procedimiento para la obtención de para-xileno con una pureza superior a 99% en peso a partir de una mezcla hidrocarbonada líquida, que contiene aproximadamente 15 hasta 25% en peso de para-xileno y además al menos también otro isómero de xileno, por cristalización por encima del punto eutéctico y separación de las aguas madres adheridas.

Es sabido obtener para-xileno a partir de mezclas de hidrocarburos líquidos. En general, a partir de una mezcla de hidrocarburos, que contiene 15 hasta 25% en peso de para-xileno, se cristaliza el para-xileno a temperaturas de -60 hasta -80°C y se separan las aguas madres por filtración o centrifugación. El producto cristalizado resultante en este caso tiene un contenido de para-xileno de 70 hasta 85% en peso. A esto sigue una etapa de purificación.

Se puede alcanzar un mayor grado de pureza por ejemplo por cristalización en varias etapas o por lavado en varias etapas con una solución de para-xileno, que está más concentrada que lo que corresponde a la composición media. Además, es usual exprimir el para-xileno en prensas de tornillo sin fin o lavarlo con un hidrocarburo de bajo punto de ebullición. Sin embargo, todos estos procedimientos exigen un elevado gasto de inversiones, dado que, igual que los procedimientos de varias etapas, utilizan varios conjuntos iguales o, como en el caso de la utilización de columnas pulsantes, utilizan costosos aparatos. Al lavar el producto cristalizado de para-xileno con hidrocarburos de bajo punto de ebullición pasa a solución en el agente de lavado una parte del para-xileno y debe ser recuperada

de nuevo desde allí. Además, se necesitan etapas de procedimiento adicionales para separar el para-xileno purificado de las sustancias utilizadas para el lavado.

5 Para lograr mayores grados de pureza se puede conectar a continuación de un filtro por ejemplo también una centrífuga. Sin embargo, de acuerdo con el estado actual de la técnica al emplear una centrífuga se debe alcanzar un tamaño mínimo de los cristales de para-xileno ya que las anchuras de rendija entre las barras del filtro colador no pueden ser disminuídas de tamaño a deseo en una centrífuga y en general para el empleo técnico se consideran como límite inferior anchuras de rendija de aproximadamente 100 μ m. Al emplear una centrífuga, con el fin de mantener dentro de límites aceptables la cantidad de cristalizado que pasa a través de las barras del filtro colador, era necesario hasta ahora, mediante procesos intermedios intercalados delante de la centrífuga, llevar a los cristales de la torta de filtración, los cuales en la mayor parte de los casos son menores de 30 μ m, hasta un tamaño mínimo esencialmente superior a 100 μ m, necesario para el empleo.

15 Como procesos intermedios de este tipo, son conocidos:

25 La puesta en suspensión con largos tiempos de permanencia, recristalización, fusión y recristalización, así como la disposición de recipientes de reposo para la maduración de los cristales, Procesos intermedios de este tipo y de tipos similares, todos los cuales deben producir un crecimiento de los cristales, están especificados entre otros sitios en la memoria de patente alemana 831.545 y en



la DAS 1.116.205.

Además, ya se ha propuesto un proceso de filtración en el cual la torta de cristales es de mayor pureza que lo que corresponde al estado actual de la técnica con procesos de filtración de una única etapa, y en el cual los cristales se desarrollan conjuntamente en la torta de filtración para formar mayores unidades.

En este procedimiento, se separan por cristalización desde la mezcla alimentada, a temperatura baja, cristales de para-xileno y a continuación se separan de las aguas madres en un filtro, haciendo pasar a través de la torta de filtración un medio inerte, que expulsa las aguas madres desde los cristales de la torta de filtración.

El presente invento consiste en que los cristales de para-xileno, liberados casi totalmente de las aguas madres después del proceso de filtración antes citado haciendo circular a su través un medio inerte, y que se han desarrollado conjuntamente en la torta de filtración sobre el filtro para formar unidades mayores, pueden ser introducidos en una centrífuga, sin más tratamientos intermedios que tengan como misión un crecimiento de los cristales. A causa de los cristales que se han desarrollado conjuntamente sobre el filtro para formar mayores unidades, permanece pequeña la cantidad de cristales de para-xileno que ha pasado a través de las barras del filtro colador de la centrífuga.

En una realización ventajosa del invento, el medio inerte circula a través de los cristales de para-xileno de la torta de filtración sobre el filtro a una temperatura de como máximo 16°C, preferiblemente de 12 a 16°C.



Como medio inerte se utiliza convenientemente
aire.

5 En otra realización del invento, el medio inerte, antes de ser conducido sobre la torba de filtración del filtro, es enfriado con producto filtrado procedente del filtro. El medio inerte puede ser conducido de manera ventajosa en un circuito cerrado. Al atravesar la torta de filtración sobre el filtro, la caída de presión del medio inerte es convenientemente mayor de 150 torr.

10 Utilizando las temperaturas de acuerdo con el invento para el medio de circulación inerte, pueden producirse ya antes de la centrifugación, sobre el filtro, cristales de para-xileno con un grado de pureza superior a 99% en peso. En principio, además de ello, es posible también
15 alcanzar grados de pureza del paraxileno superiores a 99,5% en peso en la torta de filtración atravesada por el medio inerte. Sin embargo, para lograr dichos elevados grados de pureza sobre un filtro en solamente una etapa de procedimiento, el consumo de energía para el medio de circulación
20 inerte que atraviesa la torta de filtración es especialmente elevado. Esto se debe a que para liberar de modo prácticamente total a los cristales de para-xileno en la torta de filtración de aguas madres adheridas son necesarias elevadas energías cinéticas del medio de circulación inerte
25 para superar la correspondiente tensión superficial entre los cristales de para-xileno y la película líquida adherida de aguas madres. La observación de la temperatura de acuerdo con el invento para el medio de circulación inerte es de gran importancia ya que sólo con ello se produce una
30 estructura de torta de filtración con poros finos neces-

38 14 10



ria para una circulación homogénea a través de la torta de filtración, y se la puede mantener durante la filtración.

5 Un consumo de energía más bajo y una mayor seguridad en la producción de para-xileno con un grado de pureza final superior a 99% en peso, preferiblemente superior a 99,5% en peso, se puede lograr de modo especialmente ventajoso mediante la centrifugación de la torta de filtración de acuerdo con el invento.

10 En una realización ventajosa del invento, la torta de filtración precedente del filtro, con los cristales de para-xileno que se han desarrollado conjuntamente para formar mayores unidades, es introducida en la centrífuga en forma casi sólida.

15 Para la centrifugación, de acuerdo con otra etapa del invento, los cristales de para-xileno, que forman la torta de filtración sobre el filtro, son suspendidos para formar una suspensión fluída, en un corto plazo para su transporte a la centrífuga. Mediante esta puesta en suspensión en corto plazo para formar una suspensión se debe
20 facilitar el transporte de los cristales de paraxileno a la centrífuga.

25 Para poner en suspensión la torta de filtración con el fin de formar la suspensión fluída para el transporte a la centrífuga, se utiliza convenientemente una mezcla de isómeros de xileno.

En otra realización especialmente ventajosa del procedimiento de acuerdo con el invento, para la puesta en suspensión se aprovechan las aguas madres procedentes de la centrífuga.

30 Con el fin de favorecer en la torta de filtración



sobre el filtro, entre otras cosas un desarrollo conjunto de los cristales para formar mayores unidades, la torta de filtración es consolidada ventajosamente por vía mecánica, por ejemplo mediante compresión con rodillos.

5 La centrifugación tiene lugar convenientemente con adición de paraxileno muy concentrado en calidad de líquido de lavado.

El procedimiento según el presente invento se explicará con ayuda del siguiente ejemplo:

10 Sobre un filtro rotatorio de celdas de construcción usual para fines de ensayo, con $0,5 \text{ m}^2$ de superficie de filtración a partir de una suspensión de cristales de para-xileno en una mezcla líquida de compuestos aromáticos C_8 se separaron los cristales en forma de torta de filtración desde el producto filtrado, y fueron liberados de los
15 restos de aguas haciendo pasar por aspiración a su través aire en calidad de medio inerte. La suspensión tenía una temperatura de -67°C y un contenido de para-xileno de 23% en peso. De éste más de la mitad (13% en peso) estaba presente en forma cristalina. La torta de filtración tenía 25
20 mm de grueso y cubría $0,275 \text{ m}^2$ de la superficie de filtración. El tiempo de permanencia de los cristales de paraxileno en la corriente de aire fue de 9 minutos, calculado desde el momento en que salían de la suspensión hasta su
25 retirada desde el filtro mediante un rascador. El aire impulsado a través de la torta fue conducido en circuito cerrado y tenía una temperatura de 15°C . La cantidad de aire fue de 225 m^3 en condiciones normales/hora por m^2 de torta de filtración. El grado de pureza del para-xileno en la
30 torta de filtración retirada era de 99,2% en peso de para-xileno

38 14 10



El filtrado contenía 14,2% en peso de para-xileno.

La torta de filtración presente sobre el filtro en forma casi sólida fue introducida en una centrífuga, siendo mezclada con aguas madres durante el transporte en el tubo de introducción poco antes de la entrada en la centrífuga. De la centrífuga se retiró, como producto final, para-xileno con un grado de pureza de 99,8% en peso de para-xileno.

La ventaja del procedimiento de acuerdo con el invento en comparación con el procedimiento de dos etapas que pertenece al estado conocido de la técnica, con filtro y subsiguiente centrífuga, consiste en que pueden desaparecer las etapas intermedias hasta ahora necesarias para el aumento de tamaño de los cristales antes de la centrifugación. El procedimiento de acuerdo con el invento puede ser llevado a cabo tanto de modo continuo como también de modo discontinuo.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 9 de Julio de 1969, núm. P 19 34 721.8 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

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:

30.5.70



39 27 70 59.00

1.- Procedimiento para obtener para-xileno con un grado de pureza superior a 99% en peso, preferiblemente superior a 99,5% en peso, a partir de una mezcla hidrocarbonada líquida que contiene aproximadamente 15 hasta 25%, en peso de para-xileno y además al menos también otro isómero de xileno, por cristalización por encima del punto autéctico y separación del producto cristalizado de las aguas madres adheridas, caracterizado porque sobre un filtro se expulsan las aguas madres desde los cristales de para-xileno de la torta de filtración haciendo circular a su través un medio inerte e introduciendo en una centrífuga a continuación los cristales de para-xileno que se han desarrollado conjuntamente en la torta de filtración para formar mayores unidades, sin mas tratamientos intermedios que tengan como misión un crecimiento de los cristales.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la torta de filtración de para-xileno procedente del filtro es introducida en la centrífuga en forma casi sólida.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los cristales de para-xileno que forman la torta de filtración sobre el filtro son suspendidos en un plazo corto para formar una suspensión fluida, para su transporte a la centrífuga.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque para la puesta en suspensión de la torta de filtración de para-xileno para formar una suspensión fluida para el transporte a la centrífuga, se utiliza una mezcla de isómeros de xileno.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque para la puesta en suspensión se aprovechan las aguas madres procedentes de la centrífuga.

6.- Procedimiento según una cualquiera de las

30
30.5.70

381470



precedentes reivindicaciones, caracterizado porque la torta de filtración sobre el filtro atravesada por un medio inerte es densificada de manera mecánica, por ejemplo por compresión con rodillos.

5

7.- Procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque la centrifugación tiene lugar con adición de para-xileno muy concentrado en calidad de líquido de lavado.

10

8.- Procedimiento para obtener para-xileno con un grado de pureza superior a 99% en peso.

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

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

Madrid,

23 JUN 1911

P.A.

Alberto de Eizabene
Por Poderes

30.5.70