

384092

384092

384094

P.- 45.662

69/182 f

384092

**Memoria descriptiva**

29

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I.P.C.

CLASE C07

SUBCLASE e

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de FRIED. KRUPP GESELLSCHAFT MIT BESCHRANKTER  
HAFTUNG

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

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

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PARA-XILENO PURO"  
(Clase Internacional C07c)

24.8.70

384092

29 SEP.



El invento concierne a un procedimiento para la obtención de para-xileno puro a partir de una mezcla líquida de hidrocarburos a base de para-xileno y además al menos también otro xileno isómero, por cristalización del para-xileno desde la mezcla en un aparato cristalizador y por subsiguiente separación de los cristales de para-xileno en un primer dispositivo separador y en un segundo dispositivo separador situado a continuación, el cual suministra un producto final de para-xileno con un grado de pureza por encima de 98% en peso, preferiblemente de 99,8% en peso, y del cual se devuelve una corriente parcial de la mezcla en solución separada que contiene para-xileno, al circuito de la corriente de entrada en este segundo dispositivo separador.

Ya se han propuesto procedimientos en los cuales, para la obtención de para-xileno puro, un segundo dispositivo separador está conectado directamente a continuación de un primer dispositivo separador, y en los cuales los cristales de para-xileno separador, en el primer dispositivo separador, de la mezcla líquida de hidrocarburos, son retirador del segundo dispositivo separador como producto final con un grado de pureza por encima de 98% en peso de para-xileno.

En estos procedimientos, los cristales de para-xileno sólidos retirados del primer dispositivo separador son mezclados, en el camino hacia el segundo dispositivo separador, con una corriente parcial, conducida al circuito, de la mezcla en solución que contiene para-xileno separada, procedente del segundo dispositivo separador. La mezcla en solución remanente pobre en xi-

384092

29



leno es devuelta a la corriente de entrada en el aparato  
cristalizador delante del primer dispositivo separador.

Los procedimientos hasta ahora propuestos  
tienen la desventaja de un consumo de energía innecesaria-  
mente elevado, dado que a partir, de la mezcla en solu-  
ción, todavía relativamente muy concentrada con para-xile-  
no que procede del segundo dispositivo separador, no se  
puede separar el para-xileno directamente por cristaliza-  
ción, sino que la concentración de para-xileno es prime-  
ro disminuída por mezclado con la mezcla de hidrocarbu-  
ros de entrada, delante del cristalizador, y sólo después  
tiene lugar la cristalización. De este modo, es necesario  
un mayor consumo de refrigeración que lo que sería neces-  
ario en el caso de cristalización directa de la mezcla que  
contiene para-xileno que abandona el segundo dispositivo  
separador.

Para mejorar la rentabilidad y la seguridad  
de funcionamiento del procedimiento, se propone, de acuer-  
do con el invento, a partir de la mezcla en solución  
que procede del segundo dispositivo separador introducir  
la corriente parcial, destinada a la devolución a la  
mezcla de hidrocarburos de entrada en el cristalizador  
delante de la primera etapa de separación, en un crista-  
lizador adicional, con el cual está conectado en serie  
un dispositivo separador adicional, desde el cual un con-  
centrado enriquecido con para-xileno es introducido en  
la corriente de entrada en el segundo dispositivo separa-  
dor, mientras que la mezcla en solución pobre en xileno  
separada remanente es devuelta a la mezcla de hidrocarbu-  
ros de entrada en el cristalizador delante del primer

24.8.70

- 3 -

384092

29 SEP 1951



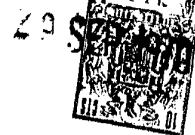
dispositivo separador.

En una realización ventajosa del invento, la totalidad de la mezcla en solución que contiene para-xileno, que abandona el segundo dispositivo separador, es introducida en el cristalizador adicional con el dispositivo separador adicional conectado en serie.

De acuerdo con otra etapa ventajosa del invento, desde la mezcla en solución pobre en para-xileno que abandona el dispositivo separador adicional y que está destinada a la devolución a la mezcla de hidrocarburos de entrada en el cristalizador delante de la primera etapa de separación, se devuelve una corriente parcial en el circuito a la mezcla delante del cristalizador adicional.

Un ejemplo de realización del invento es explicado con más detalle con ayuda del organigrama representado en los dibujos.

A partir de una mezcla 1 de hidrocarburos de entrada que contiene para-xileno se separa por cristalización en un aparato cristalizador 2 para-xileno, y a una temperatura de aproximadamente  $-60^{\circ}\text{C}$  hasta  $-70^{\circ}\text{C}$ , en un primer dispositivo separador 3 estructurado en forma de filtro se separa del líquido en solución en forma de suspensión 4 con un grado de pureza de para-xileno de aproximadamente 80 hasta 95% en peso. El líquido en solución separado por filtración abandona el proceso del procedimiento en forma de filtrado 5. La suspensión 4 con un contenido de para-xileno cristalino de aproximadamente 75 a 90% en peso es introducido en una centrífuga que sirve como segundo dispositivo separador 6, desde la cual se extrae para-xileno con un grado de



pureza de 98 hasta 99,8% en peso, como producto final 7.  
Desde la mezcla en solución 8 que abandona el segundo dispositivo separador 6, con un contenido de para-xileno de aproximadamente 75% en peso, una corriente parcial 8' es  
5 introducida en el circuito, mezclando con la suspensión 4, de nuevo directamente en el segundo dispositivo separador 6. La corriente parcial remanente 8" es introducida de acuerdo con el invento en un refrigerador que sirve como cristalizador adicional 9 y pasa desde allí a un dispositivo separador adicional 10, que puede estar estructurado por ejemplo en forma de filtro o en forma de centrífuga. El concentrado 11 con 70 hasta 95% en peso de para-xileno, obtenido en el dispositivo separador adicional 10, es introducido en la suspensión de para-xileno 4 delante del  
10 segundo dispositivo separador 6, a saber bien de modo directo bien a través de la corriente parcial 8' de la mezcla en solución 8 que abandona el segundo dispositivo separador 6. La mezcla en solución 8''' pobre en para-xileno, separada en el dispositivo separador adicional 10,  
15 es devuelta a la mezcla de hidrocarburos de entrada en el cristalizador 2 delante del primer dispositivo separador 3.

A partir de la mezcla en solución 8''' pobre en para-xileno se devuelve convenientemente una corriente parcial 13 a la mezcla de entrada 8" en el cristalizador adicional 9. La concentración del material de alimentación así formado para el cristalizador adicional 9 asciende a aproximadamente 25 hasta 40% en peso de para-xileno. Mediante la mezcla en solución 13 pobre en para-xileno, conducida al circuito, desde el dispositivo separa-  
25  
30

384092

295



5           dor adicional 10, hasta la corriente de entrada 8" en el  
          cristalizador adicional 9, se logra una disminución de  
          concentración de para-xileno, con lo cual la concentra-  
          ción de para-xileno sólido separado por cristalización,  
10           con la disminución de temperatura que tiene lugar en el  
          cristalizador adicional 9 a  $-60^{\circ}\text{C}$  hasta  $-30^{\circ}\text{C}$ , no excede  
          nunca de 40% en peso. La suspensión 8<sup>IV</sup>, que con-  
          tiene para-xileno separado por cristalización, que aban-  
          dona el cristalizador adicional 9, es conducida al dispo-  
15           sitivo separador adicional 10, donde el para-xileno  
          cristalino es separado de una parte de la solución adhe-  
          rida. El concentrado de para-xileno cristalino 11, mez-  
          clado con la corriente de entrada 4' en el segundo dispo-  
          sitivo separador 6, con un contenido de para-xileno de 70  
20           hasta 95% en peso corresponde, según el grado de pureza  
          exigido al producto final de para-xileno 7, a aproxima-  
          damente 30% del para-xileno de la suspensión 4 que aban-  
          dona el primer dispositivo separador 3. En el segundo  
          dispositivo separador 6, el para-xileno cristalino es se-  
25           parado casi totalmente desde la corriente de entrada 4'.  
          Los cristales son liberados en este caso ampliamente del  
          líquido adherido, pudiendo tener lugar adicionalmente  
          también un lavado ulterior con una solución más concen-  
          trada 12. El filtrado de lavado, que resulta en tal ope-  
30           ración de lavado, es mezclada entonces también con la  
          corriente de entrada 4' delante del segundo dispositivo  
          separador 6. La mezcla en solución 8''' pobre en para-  
          xileno, que sale del dispositivo separador adicional 10  
          tiene, con una temperatura de  $-60^{\circ}\text{C}$  hasta  $-30^{\circ}\text{C}$ , un con-  
          tenido de para-xileno de aproximadamente 10 hasta 30% en



peso. En la realización del procedimiento según el invento se puede suprimir también la corriente parcial 8' derivada desde la mezcla en solución 8 que contiene para-xileno, de manera que en este caso la totalidad de la mezcla en solución 8, que sale del segundo dispositivo separador 6, atraviesa el cristalizador adicional 9 y el dispositivo separador adicional 10 conectado en serie con éste.

Si la concentración de para-xileno de la corriente de entrada 4' en el segundo dispositivo separador 6 debe ser elevada o reducida, la cantidad de mezcla en solución 8''' devuelta puede ser elevada o reducida, o, en el caso de una cantidad constante 8''' , se disminuye o eleva el contenido de para-xileno por disminución o elevación de la temperatura.

La ventaja del procedimiento de acuerdo con el invento consiste especialmente en disminuir esencialmente el contenido de para-xileno de la mezcla en solución que contiene para-xileno devuelta a la mezcla de hidrocarburos de entrada en el cristalizador delante del primer dispositivo separador. La potencia de refrigeración necesaria en todo el proceso de separación es reducida de este modo hasta en 25% dado que la cristalización del para-xileno desde la mezcla en solución, todavía relativamente muy concentrada con para-xileno, del segundo dispositivo separador puede tener lugar a temperatura más elevada, por ejemplo a  $-30^{\circ}\text{C}$  hasta  $-40^{\circ}\text{C}$ , que en el primer dispositivo separador después del mezclado con la mezcla de hidrocarburos de entrada. Con el bajo nivel de concentración de para-xileno que se establece de este

384092

29 9



modo son necesarias en el cristalizador delante de la  
primera etapa de separación, por el contrario, temperatu-  
ras entre  $-60$  y  $-70^{\circ}\text{C}$ . además, en el procedimiento de  
acuerdo con el invento disminuye en el primer dispositi-  
5 vo separador la cantidad que resulta en términos absolu-  
tos de cristales de para-xileno, lo cual lleva aparejado  
un ahorro de trabajo de separación con cantidad constante  
de producto final procedente del segundo dispositivo se-  
parador. Mediante las operaciones, previstas según el  
10 invento, de separación de para-xileno desde la mezcla en  
solución que abandona el segundo dispositivo separador y  
de devolución de concentrado enriquecido con para-xileno  
en un dispositivo separador adicional, en la corriente de  
entrada en el segundo dispositivo separador se pueden  
15 compensar oscilaciones de funcionamiento, de manera sen-  
cilla, haciendo variar el contenido de para-xileno en el  
concentrado enriquecido con para-xileno devuelto al se-  
gundo dispositivo separador.

En el caso de utilizar el procedimiento de acuer-  
do con el invento ya no son necesarios, por consiguiente,  
20 los dimensionamientos suplementarios hasta ahora neces-  
arios para compensar o absorber las oscilaciones de funcio-  
namiento y para tomar en consideración los procesos de se-  
paración que hasta ahora no se podían determinar con exac-  
25 titud, con lo cual mejora esencialmente la rentabilidad  
del procedimiento global.

Esta solicitud, que corresponde a la presenta-  
da en República Federal Alemana, el 1 de octubre de 1969,  
bajo el Nº P 19 49 446.3, se acoge a los beneficios del  
30 artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

384092

29 SE



REIVINDICACIONES

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

- 5                   1.- Procedimiento para la obtención de para-xileno puro desde una mezcla líquida de hidrocarburos a base de para-xileno y además también otro xileno isómero, por cristalización del para-xileno desde la mezcla en un cristalizador y por subsiguiente separación de los cristales de para-xileno en un primer dispositivo separador y en un segundo dispositivo separador situado a continuación, el cual suministra un producto final de para-xileno con un grado de pureza por encima de 98% en peso, preferiblemente de 99,8% en peso, y del cual una corriente parcial de la mezcla en solución que contiene para-xileno separada es devuelta al circuito en la corriente de entrada en este segundo dispositivo separador, mientras que la parte restante de la mezcla en solución que contiene para-xileno es devuelta a la corriente de entrada en el cristalizador delante del primer dispositivo separador, caracterizado porque esta corriente parcial, que ha de ser devuelta
- 10
- 15
- 20

24.8.70

*[Handwritten signature]*

384092

29 SEP.



5 al primer dispositivo separador, de la mezcla en solución  
que contiene para-xileno separada en el segundo disposi-  
tivo separador atraviesa un cristalizador adicional, con  
el cual está conectado en serie un dispositivo separador  
adicional, desde el cual un concentrado enriquecido con  
para-xileno es introducido en la corriente de entrada  
en el segundo dispositivo separador, mientras que la mez-  
cla en solución pobre en xileno separada remanente es  
devuelta a la mezcla de hidrocarburos de entrada en el  
10 cristalizador.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1,  
caracterizado porque la totalidad de mezcla en solución  
que contiene para-xileno, que abandona el segundo dispo-  
sitivo separador, es introducida en el cristalizador a-  
15 dicional con el dispositivo separador adicional conectado  
en serie.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones  
1 ó 2, caracterizado porque de la mezcla en solución po-  
bre en para-xileno, que abandona el dispositivo separador  
adicional, se devuelve una corriente parcial al circuito  
20 en la mezcla de entrada en el cristalizador adicional.

4.- PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE  
PARA-XILENO PURO.

384092

29



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.

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

Madrid,

29 SEP. 1910

P.A.

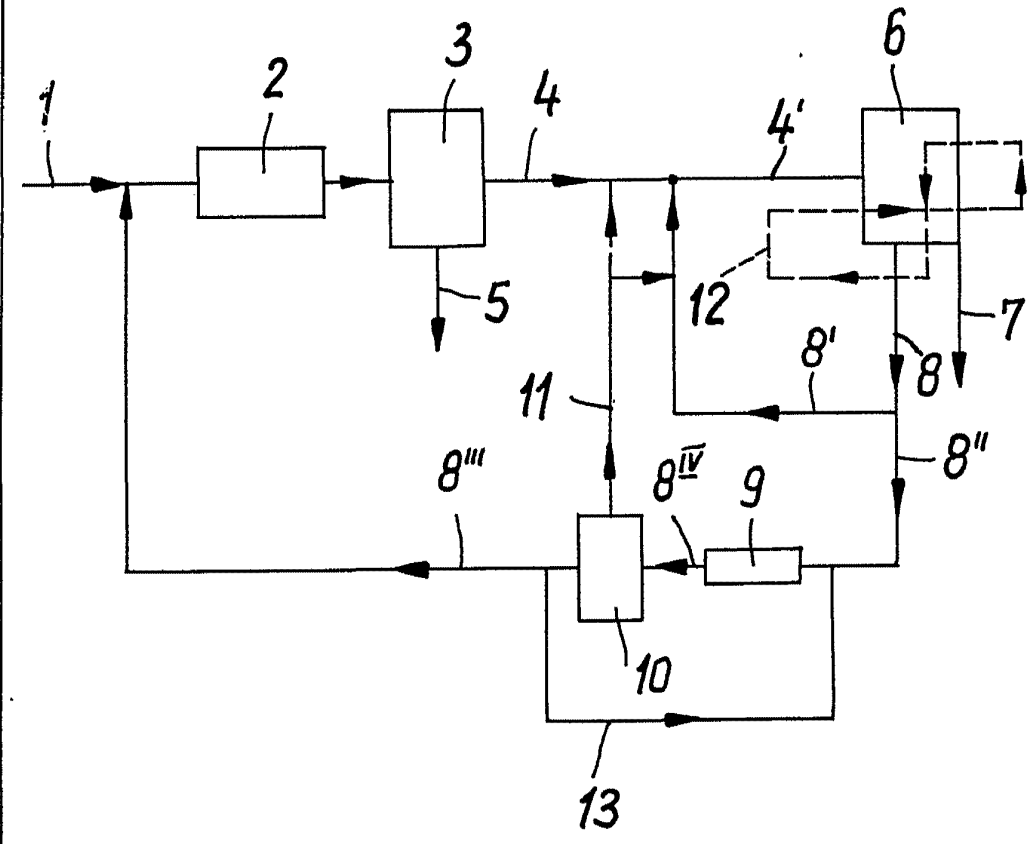
Alberto de Elzaburu  
Por Poderes

SAPZ

24.8.70

384092

29 SEP 1911



Alberto de Eiz...  
Per Poder...