

405155



**ANULADO**  
PREMIOS LA CORONA  
Y LA ESPERANZA  
Y CERTIFICACIONES

P - 50.783  
HA Patente  
OZ 71076 Span.  
Dr. Li/Os

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT

entidad alemana

establecida Troisdorf, Bez.Köl, República Federal  
Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA LIMPIEZA DE SUSTANCIAS SOLI-  
DAS EN CUYA SUPERFICIE ESTAN ADHERIDAS IMPUREZAS  
SOLUBLES"

(Clase Internacional B08b)

JLC.

31-5-72



Se conoce una serie de métodos, con ayuda de los cuales pueden quitarse impurezas solubles de partículas de sustancias sólidas. Si la sustancia sólida se presenta, por ejemplo, en forma de material amontonado o como torta de filtrado, entonces puede quitarse la impureza de la sustancia sólida por un rociado con chorro, duchado o relavado, según el tamaño de las partículas de la sustancia sólida. En sustancias sólidas con tamaños menores de las partículas, como por ejemplo, precipitados cristalinos finos, se suspenderá la sustancia sólida para disolver las impurezas. Cuando la sustancia sólida a limpiar se presenta en suspensión, puede dejarse sedimentar la sustancia sólida y decantar el líquido, o se puede proceder a la separación de la sustancia sólida y del líquido con un filtro o con una centrífuga, respectivamente. Según la naturaleza técnica del filtro o de la centrífuga, puede hacerse además al mismo tiempo un lavado de la sustancia sólida.

Sin embargo, todos estos métodos de limpieza conocidos tienen inconvenientes. Si se ejecutan discontinuamente, exigen instalaciones de limpieza mayores, sobre todo si el proceso de limpieza es una etapa en un procedimiento que, por lo demás, se realiza de forma continua. Además, el procedimiento de limpieza expuesto tiene inherente el inconveniente de principio que las impurezas



5            contenidas, por ejemplo, en las aguas madres de una frac  
              ción cristalina se diluyen simplemente, según la relación  
              de preparación entre la sustancia sólida y el líquido de  
              lavado, de modo que el proceso tiene que repetirse más  
10            o menos frecuentemente, según las exigencias de pureza  
              del producto final. En la limpieza por sedimentación y  
              decantación queda forzosamente una parte del líquido  
              de lavado, junto con las impurezas que han pasado a  
              éste en la sustancia sólida. Al filtrar o al centrifu-  
15            gar queda igualmente adherido un resto de humedad a la  
              sustancia sólida. Además de ésto, al filtrar o al cen-  
              trifugar, queda al prensar, entre las distintas partí-  
              culas el denominado líquido ocluido. El líquido ocluido  
              es el líquido que está encerrado entre las superficies  
20            de una (por grietas u otras irregularidades) o varias  
              partículas contiguas, y el cual no es alcanzado por el  
              líquido de lavado en un lavado siguiente. En estrecha  
              relación con esto está el fenómeno de la formación de  
              canales, que impide la eliminación cuantitativa de la  
25            impureza en el relavado que sigue al filtrado o al cen-  
              trifugado.

              Las humedades remanentes que se presentan  
              en los procedimientos conocidos dependen de diferentes  
              factores influyentes, así entre otros, de la presión,  
25            de la temperatura, del tamaño del grano, de la super-

ficie de la sustancia sólida, de la viscosidad del líquido de lavado o de las aguas madres, respectivamente, en los procesos de cristalización. Están comprendidos entre 1 a 30% de peso, según el procedimiento empleado. Aun cuando se pudiera eliminar cuantitativamente la humedad remanente por razones de su volatilidad, permanecen las impurezas en la sustancia sólida. En el caso de que las impurezas puedan quitarse, de manera económica, por evaporación o sublimación, se dispone, naturalmente de otros procedimientos.

Fundándose en los inconvenientes expuestos, en el presente invento se indican nuevas soluciones.

A base de una forma de realización preferida, el invento se explicará a continuación. La sustancia sólida a limpiar es llevada continuamente, bien como mezcla de partículas o de cristales, o como suspensión, tal como se presenta en una suspensión en el líquido de lavado o después de la recristalización en las aguas madres, a un aparato, por ejemplo, a una torre de lavado, en la que desde el otro extremo es conducido, en sentido inverso, un líquido de lavado en forma de un líquido apropiado, de una mezcla de líquidos apropiada, compuesta de dos o más líquidos, de una disolución de la sustancia sólida a limpiar en un disolvente cualquiera, por debajo del límite de satura-

30



ción, o de unas aguas madres procedentes de una fase de limpieza sucesiva. El líquido de lavado debe poder disolver las impurezas en medida suficiente. La sustancia sólida o las impurezas adheridas a ella, respectivamente, se ponen en relación recíproca, en el recorrido por el aparato, con el líquido de lavado, relación que está caracterizada esencialmente por la velocidad de desplazamiento de la sustancia sólida, por la velocidad de desplazamiento del líquido de lavado, por la velocidad de difusión de las impurezas en el líquido de lavado y por la turbulencia. En el otro extremo del aparato sale ahora la sustancia sólida, mojada únicamente con el líquido de lavado, en la pureza con que se presenta a su entrada en el aparato, y es conducida, a partir de este punto, al tratamiento usual. El líquido de lavado es sacado en el extremo opuesto del aparato, junto con las impurezas pasadas al líquido de lavado.

Una partícula individual se comporta, bajo determinadas condiciones, según el teorema de Stokes. Esto ocurre aún en los sistemas con un número relativamente pequeño de partículas de sustancia sólida. Grupos de partículas de sustancia sólida siguen, sin embargo, otra ley teórica, en la que la velocidad de desplazamiento de todas las partículas es igual, dentro de ciertos límites,



a una distribución por tamaño de partículas determina\_  
da. La descripción matemática de este proceso se ha  
conseguido hasta ahora únicamente de forma aproximada,  
y aquí remitimos a la bibliografía especial. En todo  
5 caso, se ha comprobado que la velocidad de desplazamiento  
de la sustancia sólida es, en muchos casos, indepen\_  
diente del tamaño de las partículas de sustancia sól\_  
da, de modo que no se produce ninguna separación de  
las partículas, según su tamaño, por el líquido de lava\_  
do en circulación. El comportamiento de las partículas  
10 de sustancia sólida, según las leyes teóricas, de un  
grupo de partículas, permite la separación del líquido  
de lavado, con las impurezas absorbidas por éste, exen\_  
to de partículas de sustancia sólida, también en siste\_  
15 mas con un tamaño muy pequeño de partículas. De aquí se  
determina, mediante la investigación experimental de  
la distribución por tamaños y concentración óptimas de  
las partículas, un procedimiento óptimo, respecto al  
grado de pureza y de la cantidad de líquido de lavado  
20 empleada para cada sistema. Condición previa es que la  
formación de remolinos en el aparato no conduzca a una  
retromezcla total de las impurezas.

A base de las medidas reproducidas en el  
ejemplo, se muestra que es posible efectuar con claro  
25 éxito, en comparación con un método de trabajo conocido,



la separación de las partículas de sustancia sólida de las impurezas solubles adheridas. Como las partículas son bañadas completamente por el líquido de lavado y las impurezas solubles tienden a separarse de la partícula debido a la difusión no son posibles los inconvenientes antes descritos, tales como la formación de canales, así como la formación de líquido ocluido.

En principio es posible la eliminación cuantitativa de las impurezas adheridas superficialmente.

Para la ejecución de la separación es indiferente que una sustancia sólida se introduzca por arriba en un tubo y se conduzca hacia un líquido de lavado de menor densidad que viene desde abajo, o que, con una sustancia sólida de menor densidad, se introduzca aquella por abajo y el líquido de lavado de mayor densidad por arriba.

Según otra disposición ventajosa, se puede emplear para la separación, en lugar del campo de gravitación, un campo centrífugo, por ejemplo, mediante un hidrociclón.

Ejemplo:

El invento aquí descrito se describe con el ejemplo de la limpieza de los cristales que se

30 AGO



producen en la recristalización de tereftalato de dimetilo (DMT) en metanol, de las aguas madres, adheridas superficialmente que contienen impurezas.

5 El término "velocidad de emigración del sólido con respecto al líquido de lavado" tiene el significado siguiente: si la velocidad de emigración del sólido es denominada  $v_1$  y la velocidad de emigración del líquido de lavado es denominada  $v_0$ , entonces la expresión "velocidad de emigración del  
10 sólido con respecto al líquido de lavado" es  $v_1 - v_0$ . El término  $v_1$  se da en la tabla número 1 bajo el epígrafe "velocidad de las partículas con respecto a la columna". La expresión  $v_0$  se da en la tabla nº 1 bajo el epígrafe "velocidad del líquido de lavado".  
15

En la expresión "velocidad macroscópica de emigración de las impurezas respecto al líquido de lavado" es análoga a  $v_2 - v_0$  si  $v_2$  es la velocidad macroscópica de emigración de las impurezas y si  $v_0$  tiene el mismo significado que arriba. Naturalmente la velocidad macroscópica de emigración de las impurezas en el aparato, en este caso la columna, puede ser localmente muy diferente y es muy  
20 difícil dar márgenes preferidos de velocidades a este respecto.  
25

30 ABB



Por lo tanto en este ejemplo se indica ópticamente los experimentos 1 a 8 y analíticamente por el contenido de la línea 4 de la tabla 2 del experimento número 12, que el criterio de la relación entre las velocidades del sólido y las impurezas, reseñadas en la descripción ha de ser cumplido si se efectúa la purificación deseada.

Este invento ha sido comprobado experimentando las condiciones que se dan en la siguiente tabla número 1.

Se han efectuado diversos experimentos, en cada uno de tres sistemas diferentes:

- 1: Guijarros de vidrio - agua + colorante "Victoriablau" soluble en agua.
- 2: Cristales de ácido tereftálico-líquidos madres acuosos.
- 3: Cristales de tereftalato de dimetilo - líquidos madres metanólicos.

El líquido de lavado que circulaba en contracorriente era agua pura en los sistemas 1 y 2 y metanol puro en el sistema 3. Los experimentos en este ejemplo fueron efectuados en una columna de lavado vertical.

El éxito del método de acuerdo con el invento fue claramente visible en el caso del siste-



ma. 1. No había indicios de colorante adherido a los guijarros de vidrio ni contenido de colorante en el agua utilizada como líquidos de lavado que fueron visibles cuando abandonaban la columna de lavado por el fondo.

5

Los resultados del experimento número 12, con respecto a la separación de impurezas se dan en la línea 4 de la tabla número 2.

21.7.72

TABLA 1

Experi- mento Nº	Sistema y diame- tro medio de las partículas, en mm.	Líquido de la vado y tempe- ratura media del mismo en °C.	Anchura no- minal de la columna en mm.	Velocidad del líqui- do de lava do en mm/ seg.	% 3	% 4	% 5	% 11	% 15
1	Guijarros de vidrio- agua + colorante "Vic- toria&lau" soluble en agua 0,15 mm.	Agua, 20°C	25 mm	2 mm/seg.			5,5 mm/seg	5,0 mm/seg	5,2 mm/seg
2	Como en el experimen- to nº 1	Agua, 20°C	25 mm	4 "			4,5 "	4,1 "	4,3 "
3	Como en el experimen- to nº 1	Agua, 20°C	25 mm	8 "			3,6 "	3,0 "	2,8 "
4	Como en el experimen- to nº 1, 0,18 mm	Agua, 20°C	25 mm	2 "			6,8 "	6,0 "	6,7 "
5	Como en el experimen- to nº 4	Agua, 20°C	25 mm	4 "			5,6 "	5,0 "	5,8 "
6	Como en el experimen- to nº 4	Agua, 20°C	25 mm	8 "			3,9 "	3,7 "	4,2 "
7	Como en el experimen- to nº 1, 0,28	Agua, 20°C	25 mm	2 "			23,8 "	24,5 "	22,3 "
8	Como en el experimen- to nº 7	Agua, 20°C	25 mm	8 "			18,1 "	19,7 "	16,5 "
9	Cristales de ácido tereftálico-líquido madre acuoso; 0,15 hasta 0,30 mm	Agua, 76°C.	25 mm	2 "			8,0 "	13,0 "	"
10	Como en el experimen- to nº 9	Agua, 76°C.	25 mm	8 "			4,2 "	7,5 "	"
11	Como en el experimen- to nº 9	Agua, 76°C.	25 mm	14 "			0,7 "	4,3 "	"



(continuación tabla 1)

Experi- mento Nº	Sistema y diáme- tro medio de las partículas, en mm.	Líquido de la vado y tempe- ratura media del mismo en °C.	Anchura no- minal de la columna en mm.	Velocidad del líquido de lava do en mm/ seg.	% 3	% 4	% 5	% 11	% 15
12	Cristales de terefta- lato de dimetilo-aguas madres metanólicas, 0,06 hasta 0,35 mm.	Metanol, 40°C	200 mm	0,8 mm/seg	16,5 mm/seg	13,7 mm/seg	14,4 mm/seg		
13	Como en el experimen- to nº 12.	Metanol, 40°C	900 mm	0,8	16,5	13,7	14,4		
14	Como en el experimen- to nº 12	Metanol, 40°C	900 mm	1,25	"	"	13,9		
15	Como en el experimen- to nº 12.	Metanol, 40°C	900 mm	1,45	17,6	"	14,9		

21.7.72

- 12 -





A base de las figuras 2 y 3, el funcionamiento, conforme al invento, está representado esquemáticamente, empleando una torre de lavado. Para su comparación, en la figura 1 está representado en  
5 esquema un funcionamiento conocido, según el cual el material a limpiar - punto de prueba a- mezclado con líquido de lavado, es separado del líquido y suspendido con un líquido de lavado. A continuación vuelven a separarse el líquido de lavado y la sustancia  
10 sólida, presentándose la sustancia sólida en el punto de prueba b.

La tabla siguiente contiene los resultados del ensayo que se obtienen según el funcionamiento conocido y, en comparación con ello, según el funcionamiento conforme al invento:  
15

TABLA 2

Procedimiento	Punto de prueba	Ep	SZ	Purezas		Ext.
				HZ	Fl	
Método de trabajo conocido fase 1	a	139,20	0,65	40-50	3	1,05
Método de trabajo conocido fase 2	b	140,40	0,14	10-20	2	0,42
Lavado de contracorriente fig. 2	c	140,41	0,053	10	2	0,32
Lavado en contracorriente fig. 3	c	140,41	0,051	10	2	0,31



## leyenda:

- Ep Punto de solidificación - °C -  
SZ Índice de ácidos - mg KOH/g DME -  
HZ Índice cromático Hazen de la masa fundida  
5 Fl Fluorescencia  
Ext. Extinción.

10 Las purezas en los puntos de prueba indicados están referidas al peso del material seco. El peso del material en seco fue determinado sacando la prueba en el punto de prueba correspondiente y, eventualmente después de quitar el disolvente no adherido, secándola y pesándola.

15 En todos los puntos a de retirada de prueba, la relación de peso entre metanol y DME era de 2 a 1, para que estuvieran aseguradas condiciones de partida comparables.

20 El procedimiento de limpieza, conforme al invento, puede transpasarse también a otros sistemas de partículas de sustancia sólida con impurezas solubles adheridas, después de la obtención experimental de las condiciones de trabajo óptimas de cada caso. Especialmente se determinarán el líquido de lavado apropiado, la relación óptima entre las velocidades de desplazamiento de la sustancia sólida y las impurezas, cada vez con relación al líquido de lavado,

25

21.7.72

- 14 -

POOR  
QUALITY

la distribución apropiada del tamaño del grano, así como los métodos para su preparación, por ejemplo, por trituración o condiciones de cristalización definidas.

5

Esta solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, el 27 de Julio de 1971, bajo el Número P 21 37 447.0, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- REIVINDICACIONES -

15

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 VEIN TE años, son los siguientes:

25

1.- Procedimiento para la limpieza de sus

21.7.72



5 tancias sólidas en cuya superficie están adheridas impurezas solubles, por el movimiento de una sustancia sólida con relación a un líquido de lavado, en el que las impurezas son solubles, caracterizado por-  
 5 que velocidad de desplazamiento de la sustancia sólida con relación al líquido de lavado es mayor o igual que la velocidad de desplazamiento macroscópica de las impurezas, con respecto al líquido de lavado.

10 2.- Procedimiento conforme a la reivindicación 1, caracterizado porque la sustancia sólida es llevada en sentido vertical continua o intermitentemente como mezcla de cristales o de partículas, eventual-  
 15 tualmente como mezcla de cristales o de partículas, eventualmente en un medio de suspensión, contra una corriente de líquido de lavado, siendo extraído el líquido de lavado, junto con las impurezas pasadas a éste, así como, eventualmente al medio de suspen-  
 20 sión por arriba, y por abajo la sustancia sólida limpiada, junta con líquido de lavado limpio continua o intermitentemente, o viceversa, cuando la densidad de la sustancia sólida es menor que la densidad del líquido de lavado, siendo extraído el líquido de la-  
 25 vado, junto con las impurezas, así como eventualmen-  
 te el medio de suspensión, por abajo, y por arriba la sustancia sólida limpiada, junta con líquido de

30 A



lavado limpio, continua o intermitentemente.

3.- Procedimiento conforme a la reivindicación 1, caracterizado porque la sustancia sólida es llevada continuamente como mezcla de cristales o de partículas, eventualmente en un medio de suspensión, algo fuera del eje de rotación, a un depósito simétrico rotativo y se expone a una corriente de líquido de lavado conducido tangencialmente y puesto en movimiento rotativo, siendo extraídos, de forma continua bajo el efecto de la fuerza centrífuga, la sustancia sólida limpiada, junta con líquido de lavado limpio en la periferia exterior de la mezcla en rotación y el líquido de lavado con las impurezas pasadas a él, así como eventualmente con el medio de suspensión, por la zona del eje de rotación, o viceversa, cuando la densidad de la sustancia sólida es menor que la densidad del líquido de lavado, el líquido de lavado junto con las impurezas pasadas a él, así como eventualmente con el medio de suspensión, se retiran en la periferia exterior de la mezcla en rotación, y en el eje de rotación la sustancia sólida, junta con el líquido de lavado, siendo conducido de forma continua correspondientemente, el líquido de lavado tangencialmente a la mezcla en rotación cerca del eje de rotación y la sustancia sólida en

30 AGO 1972



la periferia exterior de la mezcla en rotación.

4.- Procedimiento para la limpieza de sustancias sólidas en cuya superficie están adheridas impurezas solubles.

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

10 Esta Memoria consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 30 AGO. 1972

P.A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poder, *[Signature]*

21.7.72/RTA.-

22 S



LEYENDAS

- 1 DMT procedente de la recristalización
- 2 Líquido de lavado
- 3 Filtrado
- 4 DMT purificado
- 2(x)+5 Líquido de lavado (parte x) + humedad remanente
- 4+2(1-x) DMT purificado + líquido de lavado (parte 1 - x)
- 2(x)+6 Líquido de lavado (partex) + aguas madres

19.9.72  
MCM

22 SE

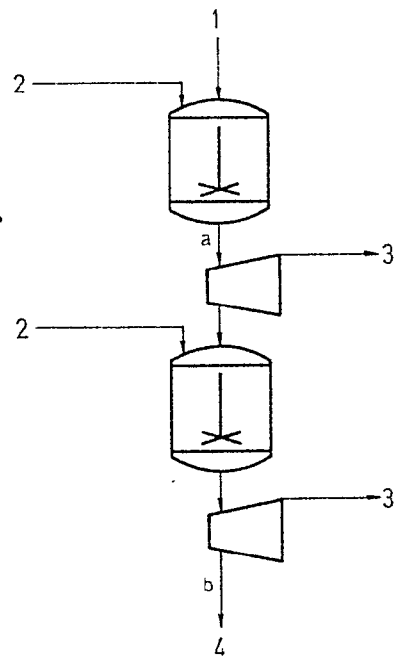


Fig.1

**Alberto de Eizaburu**  
Por Poder.

22 9

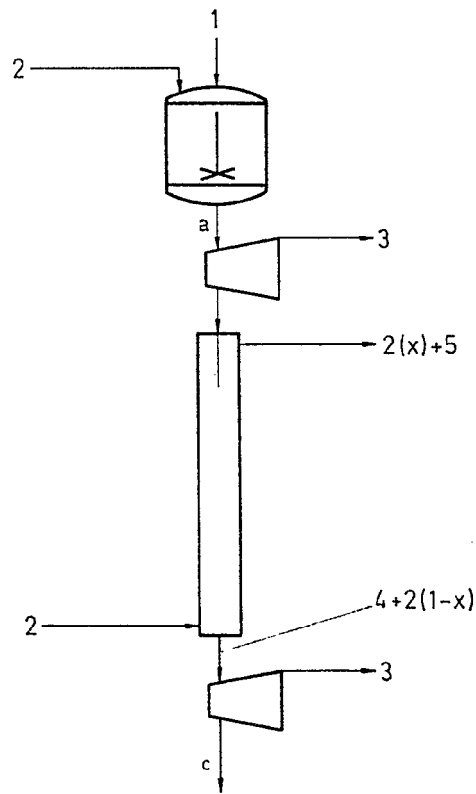


Fig. 2

Alberto de Lazzaro  
Per Fouch

22 S

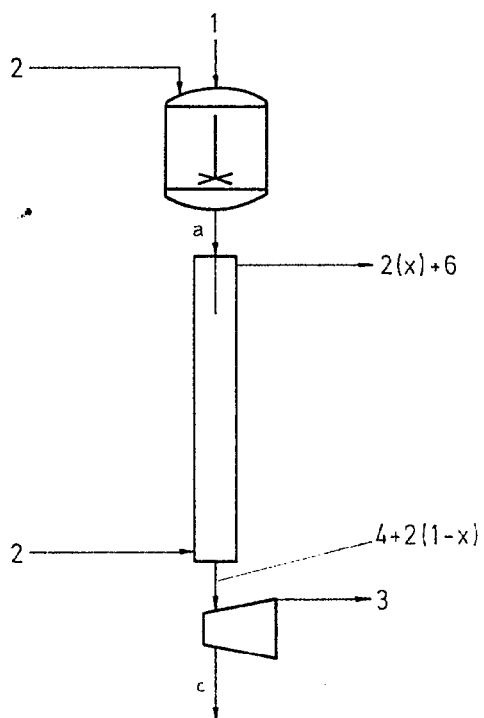


Fig. 3

*[Handwritten signature and illegible text]*