

Int. Cl.:	CO7C

Nº 424.508

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: ATLANTIC RICHFIELD COMPANY

Residencia: ARCO PLAZA, 515 S. FLOWER STREET, LOS ANGELES,
CALIFORNIA, ESTADOS UNIDOS.

Prioridad: De la solicitud de patente estadounidense
Nº 345.060 del 26 de Marzo 1973

Enunciado: " UN METODO PARA LA PURIFICACION DE PARAXILENO "

para el equipo de refrigeración, para las etapas de cristalización, para las etapas de filtración y/o centrifugación y para los distintos otros pasos en el manejo del material. Los costos de manejo, incluyendo los costos de energía y mano de obra, varían de vez en cuando y de sitio en sitio. Existen diferentes significativas relacionadas con el material de alimentación obtenible para tratamiento. Es ventajoso que la unidad de producción de paraxileno sea lo suficientemente flexible para adaptarse a las variaciones en el material de alimentación que pudieran ocurrir a través de un período de unas cuantas décadas.

Un mercado principal para el paraxileno es para la fabricación de ácido tereftálico, que se usa predominantemente para elaborar tereftalato de glicol polimérico utilizado para producir filamentos para telas, películas y otros artículos termoplásticos. Consecuentemente, las especificaciones de pureza para las plantas de poliéster influyen las normas de pureza que se buscan en la planta de paraxileno. Las diferentes fábricas han tenido durante período de tiempo diferentes especificaciones diferentes relacionadas con la pureza mínima de paraxileno para la producción del ácido tereftálico y han habido incrementos variables de precios para purezas mayores de paraxileno. La abundancia de descripciones de

los métodos para separar el paraxileno de una corriente aromática de C_8 no permite al técnico de efectuar una aplicación evidente de las sugerencias anteriores para llenar las necesidades de una sucesión específica. Los factores tales como la composición del material de alimentación, los costos de mano de obra, los costos de energía, la pureza requerida del producto de paraxileno y costos de construcción de la fábrica son involucrados en la competencia complicada entre los métodos para separar el paraxileno de una corriente de hidrocarburo aromático de C_8 .

En ciertas áreas a través de ciertos períodos de tiempo, la demanda para paraxileno que tiene una pureza mayor de 99.8 por ciento dominada los planes para los proyectos de la fábrica. En años recientes, en ciertas partes del mundo ha habido una demanda aumentada para paraxileno de la pureza dentro de la escala de aproximadamente 99.2 por ciento a aproximadamente 99.75 por ciento siendo por lo tanto significativamente diferente del precio y/o la demanda para una pureza mínima de 99.8 por ciento. Las tolerancias de mayores cantidades (v.gr. cuatro veces más en el producto con especificación de 99.2 por ciento que en el producto de una especificación del 99.8 por ciento de impurezas) ha estimulado el interés renovado en métodos que requieren solo una etapa de

crystalización, para distinguirse de las etapas de cristalización múltiples que se desean generalmente para un producto de especificación de 99.8 por ciento. Se ha adoptado como práctica normal, al preparar el paraxileno de una pureza mayor de 99.8 por ciento, redissolver los cristales de la primera etapa y recrystalizar el paraxileno de alta pureza en la segunda etapa de recrystalización. A pesar de la abundancia de literatura, la expansión y construcción continua de plantas de paraxileno, todavía no hay disponible una solución satisfactoria para el problema de una planta de bajo costo para producción de paraxileno al 99.2 por ciento. Los métodos del ramo anterior y las variaciones de los mismos se dan a conocer en las Patentes concedidas a Hoff y otros, Número 2,795,634, a Edison y otros, 3,462,506, 3,462,509, 3,462,510 y 3,462,511, a Dresser y otros número 3,462,508 y a Machell y otros número 3,662,013.

De conformidad con la invención se proporciona un método en el cual un material de alimentación líquido que consiste de paraxileno se enfría para separar la torta del filtro crudo del paraxileno, se trata luego para obtener paraxileno de pureza comercial en donde se proporcionan los pasos de: controlar la composición del material de alimentación para que contenga por lo menos 21 por ciento de paraxileno y la mayoría del resto está cons

tituido de hidrocarburos aromáticos de C_8 .

Mantener la torta del filtro a una temperatura dentro de la escala mediante $-75^{\circ}C.$ a $-50^{\circ}C.$ a través del procedimiento de purificación; someter la torta del filtro a lavadas por inundación con un solvente de hidrocarburo que tiene una temperatura de congelación dentro de la escala de $-130^{\circ}C.$ a $-75^{\circ}C.$ y una temperatura de ebullición dentro de la escala de $35^{\circ}C.$ a $115^{\circ}C.$, constituyendo el solvente del 20 por ciento al 95 por ciento del peso inicial de la torta del filtro, teniendo el solvente una temperatura inicial dentro de la escala de $-70^{\circ}C.$ a $40^{\circ}C.$, retirándose el filtrado la torta del filtro purificada de esta manera lográndose el lavado por inundación rápidamente con un tiempo de contacto del solvente de lavar torta menor de dos minutos; y recuperar el paraxileno que tiene una pureza de por lo menos 99.2 por ciento fundiendo y destilando dicha torta purificada de una cristalización de paraxileno de una sola etapa.

Particularmente, una corriente de hidrocarburo que consiste predominantemente de hidrocarburos aromáticos que tienen no más de 8 átomos de carbono y que contiene por lo menos 21 por ciento de paraxileno, se somete a refrigeración para formar una suspensión espesa que contiene paraxileno el cual se somete a centrifugación a filtración para proporcionar una torta del filtro cruda

que contiene paraxileno. Un filtrado primario que contiene agua madre se retira. La torta del filtro luego se trata durante un período de tiempo muy breve de menos de dos minutos con el solvente de la lavada que constituye de aproximadamente 20 por ciento a aproximadamente 95 por ciento del peso de la torta de paraxileno, y un filtrado secundario que constituye la mayoría de las impurezas de la torta del filtro cruda se retira de la torta del filtro lavada de esta manera. Es ventajoso usar el solvente de la lavada de manera que haya un solo peso de lavada por inundación. Una torta de paraxileno purificada que tiene una pureza de por lo menos 99.2 por ciento de paraxileno resulta de la combinación de la cristalización de una sola etapa y del lavado con solvente rápido. La torta del filtro lavada puede fundirse y destilarse para separar el paraxileno de alta pureza del solvente de la lavada. En la cristalización del paraxileno, el filtrado primario (que comprende el agua madre) por lo general pesa mucho más que la torta del filtro, cruda. Hay disponibles procedimientos para isomerizar el xileno a fin de formar fracciones que contienen paraxileno adicional. El filtrado primario algunas veces se envía directamente o después de purificación apropiada hacia una zona de isomerización para preparar un componente del componente de recirculación del material de alimentación, Hay

una variedad de potencialidades para hacer recircular las fracciones a través de la zona de cristalización sin problemas no controlables de acumulación de impurezas o pérdida del rendimiento adicional. Las selecciones técnicas apropiadas pueden efectuarse en relación con las temperaturas de recirculación mientras que retienen todavía el procedimiento de cristalización de una sola etapa de la hoja de flujo.

Aún cuando la pureza de paraxileno recuperable en la torta del filtro, cruda, tal como se precipita inicialmente en una suspensión espesa de hidrocarburo aromático de C_8 refrigerada es menos del 95 por ciento en peso, el paso sencillo de la sola etapa del lavado por inundación rápido con un solvente de hidrocarburo que constituye del 20 por ciento al 96 por ciento de la torta, permite la preparación de una torta lavada de la cual puede recuperarse paraxileno de pureza de 99.2 por ciento o mejor fundiendo y destilando dicha torta del filtro lavada. El alto rendimiento (atribuido en parte a la proporción relativamente pequeña del solvente de la lavada y en parte de la rapidez de la lavada por inundación y en parte a que se impide la lixiviación excesiva) proporciona ventajas de costo. Aún cuando la cristalización de la segunda etapa por lo general es necesaria para lograr puridades tales como 99.8 por ciento de materiales de alimen-

tación que contienen cantidades convencionales de paraxileno, puede lograrse una fábrica menos costosa mediante el procedimiento de cristalización y una sola etapa de la presente invención.

El solvente de la lavada debe ser un hidrocarburo que tenga una temperatura de congelación dentro de la escala de -130°C . a -75°C . particularmente de 60°C . mediante lo cual no ocurre congelación de solvente a temperaturas de centrifugación dentro de la escala de aproximadamente -75°C . a aproximadamente -50°C . Además, el solvente de la lavada debe tener una temperatura de ebullición mayor de 35°C ., deseablemente mayor de 90°C . y menor de 115°C ., mediante lo cual un paraxileno de alta pureza (de temperatura de ebullición de 138.4) puede separarse económicamente del solvente de la lavada en una torre de destilación. La velocidad del desplazamiento del líquido ocluido en la torta del filtro cruda es la característica más importante del solvente de la lavada. El régimen al cual el solvente penetra y disuelve el metaxileno y otros componentes del líquido ocluido y las temperaturas de centrifugación no es un fenómeno de equilibrio debido a que la lavada completa rápidamente antes de poder alcanzar el equilibrio. La selectividad para disolver y desplazar el agua madre sin disolver el paraxileno durante el producto de lavada puede ser convenien

te pero la propensión para la disolución rápida del paraxileno puede resolverse saturando (para temperaturas de centrifugación) del solvente con paraxileno justamente antes de inyectarlo hacia la torta del filtro crudo. La recuperación del solvente de la lavada ordinariamente es tan completa y económica que la existencia del solvente constituye solo una fracción muy pequeña de la inversión de la planta y los costos de reposición del solvente aumentan el costo de cada kilogramo del producto en cantidad tan pequeña que el costo del solvente por lo general es de poca importancia en contraste con la gran importancia de su funcionamiento para llevar al máximo la pureza del producto.

El tolueno tiene numerosas ventajas como el solvente de la lavada, especialmente cuando el filtrado primario se hace recircular a través de una zona de isomerización. El metilciclohexano tiene una temperatura de ebullición más baja que el tolueno y ofrece ciertas ventajas. El isooctano disuelve cantidades pequeñas de paraxileno a temperaturas de centrifugación y ofrece ciertas ventajas de selectividad. Una fracción de nafta que tiene una escala de temperatura de ebullición de 90 a 100°C., es más económica que el isooctano y más selectiva. Otras naftas esentas de componentes cristalizables a temperatura de -75°C., y que tienen una temperatura de

ebullición dentro de la escala de 35° a 115°C., son capaces de funcionar satisfactoriamente debido a que la cantidad del solvente de la lavada siempre es menor que el peso de la torta del filtro cruda.

Las numerosas ventajas del tolueno como el solvente de la lavada definen su selección en un número considerable de plantas de paraxileno.

La hoja del flujo prácticamente autoexplicativa muestra esquemáticamente la cristalización de una sola etapa de paraxileno con lavado por inundación rápido de la torta de filtro cruda.

El procedimiento de la presente invención se diseña para la cristalización de paraxileno a temperatura deseablemente de aproximadamente -63°C., y dentro de la escala de -50° a -75°C. Se obtienen resultados deseables solamente si la alimentación hacia el cristalizador contiene por lo menos 21 por ciento en peso de paraxileno. Consecuentemente, la alimentación prueba que entra por medio de la línea 10 por lo general tiene un contenido de paraxileno mayor del 21 por ciento. Se muestran ciertas posibilidades opcionales en las líneas punteadas, incluyendo la disponibilidad de hacer recircular el filtrado secundario a través de la línea 49 y/o de hacer recircular el producto de paraxileno a través de la línea 63. Los controles apropiados proporcionan seguridad de

que el material de alimentación 11 ajustado en temperatura suministrado al primer tanque de cristalización 13, tenga el contenido mínimo de 21 por ciento de paraxileno. El enfriamiento inicial del material de alimentación puede ocurrir en un intercambiador térmico 12 mediante lo cual una corriente del filtrado primario 17 se calienta a temperatura ambiente.

Cada uno de los tanques del cristizador incluye un primer cristizador 13 y un último cristizador 14, así como muchos cristizadores intermedios que se refrigeran para enfriar el material de alimentación del cristizador 11 a la temperatura deseada, tal como de $-63^{\circ}\text{C}.$, y dentro de la escala de $-50^{\circ}\text{C}.$, a $-75^{\circ}\text{C}.$, formando de esta manera una suspensión espesa de cristales de paraxileno en un agua madre que consiste predominantemente de una mezcla de metaxileno, ortoxileno, etilbenceno. Como se ha manifestado anteriormente, el agua madre puede contener una cantidad pequeña del solvente de la lavada que se deriva de una corriente recircular.

El efluente de los cristizadores fluye por medio de la línea 15 como una suspensión espesa de cristales de paraxileno en una agua madre hacia una centrífuga continua 16 que funciona como la zona de filtración. Una corriente del filtrado primario 17 se retira de la centrífuga 16 dejando una torta del filtro cruda 18 en la

periferia de la centrífuga.

Se encamina la atención específica al control cuidadoso de la lavada de la torta del filtro cruda para la preparación de una torta del filtro altamente purificada. De conformidad con la presente invención, es muy importante evitar la lixiviación prolongada de la torta del filtro cruda, puesto que cualquier acción de lixiviación tiende a disminuir el rendimiento del producto deseado sin purificación adecuada de los cristales. La torta del filtro cruda consiste de paraxileno sólido líquido ocluido, consistiendo el líquido ocluido predominantemente de metaxileno pero incluye también etilbenceno, ortoxileno, paraxileno líquido y posiblemente cantidades pequeñas del solvente de la lavada recirculado. La temperatura de ebullición del orto, meta, y paraxileno, son lo suficientemente semejantes de manera que la recuperación del paraxileno simplemente mediante la destilación de dicha mezcla de xileno no es económicamente atractiva. Sin embargo, mediante el desplazamiento casi instantáneo del líquido ocluido de la torta del filtro cruda con un solvente de temperatura de ebullición más baja, tiene una temperatura de congelación lo suficientemente baja, se mejora el atractivo del paso de destilación subsecuente mediante lo cual puede separarse el paraxileno purificado de dicha torta del filtro lavada mediante un paso de destila-

ción que tiene un costo suficientemente bajo y que es lo bastante sencillo como para ser comercialmente atractivo.

A fin de evitar la acción de lixiviación, el líquido de la lavada debe aplicarse durante un periodo de tiempo breve de menos de dos minutos y la cantidad del líquido de la lavada debe restringirse a menos de 95 por ciento en peso de la torta del filtro cruda. A fin de que la lavada de la torta del filtro cruda 18 con el solvente sea eficaz para desplazar casi completamente el metaxileno, la cantidad mínima del líquido de la lavada debe ser mayor que la cantidad del líquido ocluido en la torta del filtro y debe ser por lo menos de 20 por ciento en peso de la torta de filtro cruda 18. Como se muestra en el diagrama de flujo, el solvente de la lavada se inyecta como una lavada de inundación en 19; y el filtrado secundario se retira por la línea 20. Es importante que el paso de lavar se controle para lograr rápidamente el desplazamiento casi completo del líquido inicialmente ocluido mediante lo cual la torta del filtro lavada contiene líquido ocluido que consiste predominantemente del solvente de la lavada. El control del paso de la lavada para que sea rápida, es también esencial para producir al mínimo la lixiviación de los cristales de paraxileno mediante el solvente de la lavada. En las modalidades preferidas, el tiempo de contacto del solvente de la lavada

y la torta del filtro es menor de aproximadamente cinco segundos. Usando una centrífuga y cálculos del volumen de la torta del filtro cruda, pueden obtenerse lavadas ventajosas a regímenes de flujo que corresponden a los tiempos de contacto de una fracción pequeña de un segundo. Para lograr la pureza mínima del 99.2 por ciento por medio de la presente invención, sin embargo, por lo general es ventajoso controlar el tiempo de contacto para que sea por lo menos de un segundo.

Después de que los cristales de paraxileno se han lavado rápidamente, se descargan a través de la línea 21. Es importante que la temperatura de la línea de producto 21 no sea más caliente que de 40°C., que la torta cruda 18 y/o del filtrado primario 17, pero la temperatura del producto por lo general es ligeramente más caliente (v.gr. 5° ó 1°C.) que la del filtrado primario 17. La corriente del producto 21 se funde en un tanque de fusión 22 y el líquido resultante se dirige hacia una zona de oscilación 23 caracterizada por una columna de destilación 24. La alimentación desde el tanque de fusión 22 entra en la columna de destilación 24 a través de la línea 25 y en la columna 24 los hidrocarburos se destilan para separar un producto superior 26 desde una corriente de residuos 27 dirigida hacia una zona de completación de producto 28 y desde ahí hacia la línea de descarga de pro

ducto 29. Es importante que el procedimiento de paraxileno de una sola etapa proporcione un producto que tenga una pureza mínima del 99.2 por ciento.

Pueden utilizarse varias particularidades opcionales bajo las circunstancias apropiadas cuando se desee. Usualmente es ventajoso hacer recircular el solvente de la lavada que se recupera a través de la línea superior 26 que puede mezclarse con el solvente de la lavada de reposición que entra a través de la línea 33 y opcionalmente cuando se desea los solventes de lavada recirculados entran a través de la línea 31 a fin de proporcionar una línea de abastecimiento 19 del solvente de lavada.

La función importante del solvente de la lavada es desplazar rápidamente el líquido ocluido en la torta del filtro cruda 18 mediante un solvente que tenga una temperatura de ebullición lo suficientemente baja para permitir la separación económica del mismo en la columna 24. Cualquier solvente de lavada que tenga una velocidad rápida de desplazamiento tiene también la desventaja de disolver cantidades significativas de paraxileno a la temperatura de centrifugación de aproximadamente -63°C . Por ejemplo, cuando el tolueno es el solvente de la lavada y la temperatura de centrifugación es de aproximadamente -63°C ., la solubilidad del paraxileno en tolueno a tempe-

ratura de aproximadamente $-63^{\circ}\text{C}.$, es de más o menos 10 por ciento.

Si se desea, el solvente de la lavada puede modificarse para incluir una cierta cantidad de paraxileno que corresponde esencialmente a la cantidad soluble a la temperatura de centrifugación. El paraxileno líquido puede hacerse recircular a través de la línea 35 (desde la línea 25 a través de la línea 25b o desde la línea 27 a través de la línea 35a) hacia un mezclador 36 que incluye bombas de dosificación y elementos mezcladores. Cuando se emplea el mezclador 36, una corriente del solvente de la lavada tal como la línea 26 se dirige a través de la línea 37 hacia la bomba y dosificación del mezclador 36 y el líquido de paraxileno recirculado se bombea desde la línea 35 hacia la bomba de dosificación mediante lo cual el efluente 38 del mezclador 36 consiste del solvente que contiene una cierta cantidad de paraxileno que corresponde esencialmente a la solubilidad del paraxileno en dicho solvente de la lavada a la temperatura de centrifugación. Alternativamente, la columna de destilación 24 puede hacerse funcionar a fin de que la corriente superior contenga la concentración de paraxileno deseada. El mezclador 36 proporciona una representación de hoja de flujo esquemática para la lavada de la torta del filtro cruda con un solvente que contiene una pequeña

cantidad de paraxileno o ninguna cantidad de paraxileno y debe interpretarse como una ilustración esquemática de un método alternativo en vez de un requisito del equipo indispensable.

Es esencial que el solvente de la lavada se mantenga a temperatura inferior a $40^{\circ}\text{C}.$, sin embargo, puesto que la planta de recuperación de paraxileno por lo general está a temperatura ambiente menor de $40^{\circ}\text{C}.$, esta limitación no es indebidamente molesta. Si se emplea solamente una cantidad muy pequeña tal como de 20 por ciento del solvente de la lavada, es tolerable una temperatura relativamente elevada para el solvente de la lavada sin lixiviación excesiva de los cristales de paraxileno. Cuando se emplean cantidades relativamente mayores del solvente de la lavada y/o cuando el paso de la lavada emplea un tiempo de contacto más prolongado que el tiempo de contacto mínimo, entonces es más ventajoso mantener una temperatura más baja para el solvente de la lavada. Un enfriador 39 puede enfriar una corriente apropiada del solvente de la lavada a una temperatura que es entre $40^{\circ}\text{C}.$ y una temperatura de aproximadamente $5^{\circ}\text{C}.$ mayor que la torta del filtro cruda 18. El solvente de la lavada por lo tanto, tiene una temperatura dentro de la escala de $-70^{\circ}\text{C}.$ a $40^{\circ}\text{C}.$, pero frecuentemente es 5° hasta aproximadamente $95^{\circ}\text{C}.$, más caliente que la torta del filtro cruda pero puede

tener una menor temperatura que la de la torta. En las modalidades preferidas, el solvente de la lavada se enfría a una escala de temperatura de -70°C . a -10°C . Cuando se emplea el enfriador 39, el solvente caliente puede entrar a través de la línea 40 y el solvente enfriado puede salir a través de la línea 30 para volver a entrar hacia la corriente del solvente de la lavada apropiado.

El paso de la lavada tiende a aumentar la temperatura en la torta del filtro de manera que la torta del filtro retirada en la corriente 21 es por lo menos un grado centígrado más caliente que la torta del filtro cruda 18. La cantidad del solvente, la temperatura del solvente y la velocidad de la operación de lavar todas se regulan para controlar eficazmente dicho aumento de temperatura dentro de los límites de 1° a 40°C ., de temperatura diferencial.

El filtrado secundario puede ser dirigido hacia una línea de retiro de subproducto 46 lo cual puede ser deseable cuando el solvente se selecciona para que tenga una solubilidad mínima para el paraxileno y cuando dicho subproducto se programa para mezclarse con otros hidrocarburos para venderse como gasolina. Si el solvente de la lavada disuelve una cantidad significativa de paraxileno tal como el tolueno, y si la alimentación nueva contiene una concentración suficientemente elevada de pa-

raxileno para permitir la recirculación sencilla del filtrado secundario, entonces el filtrado secundario no modificado puede hacerse recircular mediante la línea 49 para mezclarse con la línea de alimentación fresca 10.

Si se desea, puede proporcionarse una zona de destilación 41 para el filtrado secundario. Una columna de destilación 42 puede tratar el filtrado secundario que entra en la línea 43 a fin de proporcionar una corriente del solvente de la lavada recirculado 44 y un filtrado secundario evaporado instantáneamente 45. El filtrado secundario evaporado instantáneamente desde el fondo de la torre de destilación 42 puede dirigirse ya sea por medio de la línea 47 hacia la línea de descarga del subproducto 46 o por medio de la línea 48 hacia la línea de recirculación de filtrado secundario 49.

Se suscitan ciertas ventajas incluyendo en la línea de alimentación 11 hacia los cristalizadores una cierta cantidad de solvente de la lavada que es atribuible aproximadamente a la cantidad del solvente en el filtrado secundario. La facilidad con la cual se forman los cristales de paraxileno y la facilidad con la cual se lava rápidamente el líquido ocluido desde la torta del filtro cruda, es mayor cuando hay presente una cantidad pequeña del solvente de lavada. La eficacia del paso de la vada por inundación rápido es atribuible no a fenómenos

de equilibrio sino a fenómenos del régimen de desplazamiento.

Las diferencias pequeñas en la viscosidad del líquido ocluido modifican la velocidad con la cual se des^uplaza mediante el solvente de la lavada. La temperatura en cristalizadores 13, 14 y la centrífuga 16 puede ser meⁿor cuando el filtrado secundario se hace recircular y dicha temperatura más baja permite la recuperación de una mayor porción del paraxileno en la centrífuga. Hay una variedad de razones por las cuales se acumulan ventajas al hacer recircular el filtrado secundario no modificado en vez de utilizar la zona de utilización 41. Sin embargo, la presencia del solvente de la lavada en el filtrado primario en la línea 17 restringe la utilidad del mismo. Por lo tanto, algunas veces es deseable proporcionar una zona de destilación 51 para el filtrado primario. Es sorprendente que susciten ventajas de la provisión de una zona de destilación 51 para la recuperación del solvente de la lavada de una cantidad mucho mayor que el material de temperatura de ebullición elevada de la que puede tratarse en la zona de destilación 41. Dicha zona de destilación de gran capacidad 51 tiene sus ventajas no para re^uducir al mínimo el costo de la recuperación del componente del solvente de la lavada del filtrado secundario sino para un funcionamiento superior de la centrífuga a fin de

llevar al máximo la recuperación de los cristales de paraxileno de alta pureza después de una cristalización de una sola etapa. Cuando se emplea una zona de isomerización separada y el tolueno es el solvente de la lavada, el tolueno puede recuperarse del isomerizado a fin de que la zona de destilación 51 se interprete como la ilustración esquemática de un paso para la recuperación del solvente en vez de un requisito indispensable para la columna en un sitio específico.

La zona de destilación 51 incluye una torre de destilación 52. El filtrado primario 17 entra en la torre de destilación 52 a través de la línea 53, proporcionando una corriente superior 54 del solvente de la lavada recirculado y una corriente de residuo 55 que puede designarse como el filtrado primario evaporado instantáneamente que puede dirigirse hacia la línea de retiro de subproducto del filtrado primario 60. El solvente de la lavada recuperado de la línea 44 de la zona de destilación 41 y/o de la línea 54 de la zona de destilación 51 se dirige hacia la línea 31 para mezclarse con el solvente recuperado de la línea 26 de la zona de destilación 23.

Un mezclador 61 consiste de bombas de dosificación y elementos mezcladores para añadir el paraxileno recirculado en la línea 35 hacia el alimento retirado en

la línea 62 para proporcionar una corriente de alimentación enriquecida 63 que vuelva a entrar en la corriente de alimentación 10. Por lo general, el material de alimentación se selecciona para que contenga por lo menos 21 por ciento de paraxileno eliminando de esta manera cualquier necesidad del mezclador 61.

El solvente de la lavada debe ser un hidrocarburo que tenga una temperatura de ebullición que no sea mayor de $115^{\circ}\text{C}.$, debido a la importancia de separar el solvente de la lavada del producto de alta pureza en la torre de destilación 24 a un costo atractivo. La temperatura de ebullición del solvente debe ser mayor de $35^{\circ}\text{C}.$ y deseablemente debe ser mayor de $90^{\circ}\text{C}.$ Es aún de mayor importancia que la temperatura de ebullición del solvente de la lavada, la temperatura de congelación que debe ser significativamente menor que la temperatura de centrifugación y debe quedar dentro de la escala de $-130^{\circ}\text{C}.$ a $-60^{\circ}\text{C}.$ El solvente de la lavada debe ser un hidrocarburo que no interfiera con la cristalización del paraxileno o con la recuperación del paraxileno puro en la torre de destilación 24.

Entre los hidrocarburos que son apropiados como solventes para la lavada se pueden mencionar el tolueno que, debido a que es un hidrocarburo aromático que tiene una estructura semejante al xileno, es particularmente

ventajoso. Además, la presencia de tolueno en la corriente del subproducto y/o las pérdidas mecánicas del solvente de la lavada de la recirculación no son demasiado serias cuando se emplea tolueno como el solvente de la lavada.

El ciclopentano, metilciclohexano, cicloalcanos substituídos con alquilo y mezclas de los mismos tienen temperaturas de congelación deseadas menores de -60°C . y temperaturas de ebullición dentro de la escala de 35° a 115°C . El "isooctano" contiene ya sea una proporción predominante de 2,2,4-trimetilpentano y sus isómeros asociados o un alquilato y fracciones de mafta que hierven a temperatura entre 90° y 100°C ., pudiendo emplearse también.

Otros hidrocarburos, puros o mezclados que llenan los requisitos de temperatura de congelación dentro de la escala de -60° a -130°C ., y temperatura de ebullición dentro de la escala de 35° a 115°C ., son también apropiados pero por lo general son menos preferidos que los hidrocarburos identificados como $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_{11}$, C_8H_{18} y HC de $\text{C}_7\text{-C}_8$, que tienen temperaturas de ebullición de aproximadamente 90° a 100°C .

El desplazamiento total y la velocidad de desplazamiento del líquido ocluído en la torta del filtro cruda es el objeto del lavado por inundación breve. La temperatura, la proporción del solvente de la lavada, la presencia o ausencia de paraxileno recirculado y factores re

lacionados pueden modificarse para lograr un producto de alta pureza a un costo reducido al mínimo. La eficiencia de la recuperación del solvente de la lavada, por lo general es lo bastante grande de manera que el costo por litro del solvente de la lavada no es por lo general un factor crítico para seleccionar un solvente de la lavada.

Ejemplo 1

Una alimentación nueva que contiene 18 por ciento de paraxileno siendo el resto predominantemente metaxileno se introduce a través de la línea 10 y se dirige a través de la línea 62 hacia una bomba de dosificación. El paraxileno líquido se hace recircular a través de la línea 35 hacia el mezclador 61 mediante lo cual el contenido de paraxileno de la alimentación ajustada se aumenta hasta un 23 por ciento. Dicha alimentación ajustada de la línea 63 se mezcla con el filtrado secundario recirculado de la línea 49 y se dirige hacia el intercambiador térmico 12. La corriente de xileno ajustada en temperatura en la línea 11 se dirige hacia una serie de cristalizadores 13, 14 a fin de proporcionar una suspensión espesa descargada a través de la línea 15 que consiste de cristales de paraxileno sólidos que se dispersan en una agua madre que consiste predominantemente de metaxileno y que

incluye una cantidad pequeña de ortoxileno, una cantidad pequeña de etilbenceno, y una cantidad pequeña de tolueno. Dicho tolueno es atribuible a la recirculación del tolueno desde el filtrado secundario.

Dicha suspensión espesa se dirige hacia la centrífuga 16 en donde el agua madre se retira como el filtrado primario a través de la línea 17 y la torta del filtro cruda 18 avanza hacia la zona de lavar en la centrífuga. La torta del filtro cruda 18 consiste de cristales de paraxileno y aproximadamente 16 por ciento en peso de agua madre ocluida. La inundación temporal de la torta del filtro mediante el líquido de la lavada 19 que se inyecta hacia la zona corta de la torta que avanza se regula para que sea de breve duración. Usando una cantidad de tolueno que corresponde a aproximadamente el 25 por ciento del peso de la torta del filtro cruda, dicho solvente de la lavada inunda instantáneamente la torta del filtro y disuelve instantáneamente el agua madre. La solución del agua madre en el solvente de la lavada se remueve instantáneamente a medida que la porción inicial del filtrado secundario se retira a través de la línea 20. La inundación de la torta con el solvente de la lavada es tan rápida que no hay oportunidad de una lixiviación significativa de los cristales de paraxileno mediante el solvente de la lavada. Después de dicha lavada rápida, el

líquido ocluido en la torta lavada es predominantemente tolueno con sólo cantidades pequeñas del metaxileno que dominaban inicialmente en el líquido ocluido en la torta del filtro crudo.

El filtrado primario 17 se retira a temperatura de -60°C ., que es 3 grados más caliente que la suspensión espesa suministrada mediante la línea 15. El filtrado secundario de la línea 20 se retira a temperatura de -52°C ., o sea aproximadamente 8° más caliente que el filtrado primario. Dicho calentamiento es atribuible al hecho de que el tolueno se enfría no a la temperatura de -63°C . de la línea 15, pero sólo a aproximadamente 0°C ., mediante lo cual el solvente relativamente caliente desplaza rápidamente el agua madre ocluida. El solvente caliente se pone en contacto con los cristales de paraxileno durante un periodo de tiempo mucho más breve para permitir un equilibrio, ya sea para las características de solubilidad o de temperatura. La torta del filtro lavada se retira a través de la línea 21 y se dirige hacia un tanque de fusión 22. La mezcla líquida de paraxileno y el solvente de la lavada fluye a través de la línea 25 desde el tanque de fusión hacia la torre de destilación 24. El tolueno se destila por la parte superior a través de la línea 26 y el producto de xileno se retira a través de la línea inferior 27 y se hace avanzar a través de la zona de compenen

sación 28 hacia la línea de retiro de producto 29. Se encamina la atención específica al hecho de que el producto de paraxileno tiene una pureza mayor del 99.2 por ciento a pesar de la utilización de únicamente la cristalización de paraxileno de una sola etapa.

Una corriente del producto recirculado puede dirigirse a través de la línea 35b desde la línea 25 y/o desde la línea de producto 27 a través de la línea 35a. El paraxileno recirculado puede estar a través de la línea 35 hacia el mezclador 36 y hacia el mezclador 61. La hoja de flujo muestra la corriente de recirculación de paraxileno 35 como una línea punteada debido a que dichas alternativas son recursos opcionales para responder a circunstancias específicas y no son indispensables para la cristalización de paraxileno de una sola etapa.

El tolueno recuperado en la línea 26, si se desea, puede dirigirse a través de la línea 27 hacia el mezclador 36 para la preparación de una solución que contiene aproximadamente 9 por ciento paraxileno, que se retira por ejemplo de la línea 38 y que se hace regresar a la línea de recirculación del solvente de la lavada 26. Un enfriador 39 está adaptado para enfriar una corriente del solvente de la lavada, que puede entrar a través de la línea de entrada 40 y regresar por medio de la línea efluente 30 hacia la línea de recirculación del solvente de la-

vada 26. El solvente de lavada recuperado desde la zona de destilación 41 y/o la zona de destilación 51 se dirige a través de la línea 31 hacia la línea de recirculación del solvente de lavada 26. Se añade tolueno como el solvente de la lavada de reposición a través de la línea 33. Una zona de destilación 41 que incluye una torre de destilación 42 puede abastecerse con filtrado secundario a través de la línea 43 proporcionando de esta manera el solvente recirculado a través de la línea superior 44 y las líneas de recirculación 31 y 36, sucesivamente.

Ejemplo 2

Una alimentación nueva que contiene 24 por ciento de paraxileno se suministra a través de la línea 10. No se inyecta paraxileno recirculado de manera que no se utiliza el mezclador 61. El filtrado secundario se hace recircular desde la línea 49 consistiendo dicho filtrado del solvente de la lavada y de los hidrocarburos aromáticos de C_8 . El material de alimentación ajustado se dirige a través del intercambiador térmico y sigue un procedimiento semejante para aquel del ejemplo 1 con la excepción de las variaciones relacionadas con el uso de metilciclohexano como el solvente de la lavada. Tanto el mezclador 36 como el mezclador 39 se emplean de manera que

el solvente de la lavada introducido en 19 contiene una cierta cantidad de paraxileno que corresponde esencialmente a la solubilidad del paraxileno en el metilciclohexano a la temperatura de centrifugación. La centrífuga se mantiene a temperatura de aproximadamente -63°C . La solución del solvente de la lavada se enfría a temperatura de aproximadamente -30° antes de inyectarse hacia la centrífuga en 19. La cantidad de metilciclohexano que se emplea como el solvente de la lavada es de aproximadamente 50 por ciento en peso del regimen de retiro de la torta del filtro cruda a través de la línea 21. El metilciclohexano tiene mayor selectividad para extraer el metaxileno sin lixiviar el paraxileno de la torta del filtro. Dicha selectividad es atribuible al regimen o rapidez con la cual el agua madre, que consiste de grandes cantidades de metaxileno se disuelve en el solvente de la lavada. El metilciclohexano se recupera bastante satisfactoriamente tanto en la torre de destilación 24 como en la torre de destilación 52. Se retira a través de la línea 29 un producto de paraxileno de pureza comercial.

Ejemplo 3

Se emplea "isooctano" como el solvente de la lavada en vez de metilciclohexano y el regimen de inyec-

ción en 19 corresponde esencialmente al 70 por ciento del regimen de retiro del producto en la línea 21. En otros respectos, se sigue el procedimiento del Ejemplo 1. El "isooctano" tiene mayor propensión a lixiviar los cristales de paraxileno permitiendo por lo tanto el uso de una proporción mayor del solvente de la lavada durante el periodo de lavado extremadamente corto de la torta del filtro cruda. Se retira a través de la línea 29 un producto de pureza comercial. El alquilato comercial representa una calidad técnica de "isooctano" que es apropiado para este objeto.

Ejemplo 4

Una nafta que tiene una escala de temperatura de ebullición de $90^{\circ}\text{C}.$, a $100^{\circ}\text{C}.$ y que está generalmente exenta de hidrocarburos aromáticos y se filtra a temperatura de $-130^{\circ}\text{C}.$, para eliminar cualesquiera de los componentes fácilmente congelables se utiliza como el solvente de la lavada. El solvente se enfría a temperatura de $-50^{\circ}\text{C}.$, y no se hace recircular paraxileno con el mismo. Dicho solvente enfriado se emplea a un regimen que corresponde al 75 por ciento del regimen de retiro de la torta a través de la línea 21 y el filtrado secundario se hace recircular a través de la línea 49. La nafta se recupera

en la columna de destilación 52 y se hace recircular a través de las líneas 54 y 31. El funcionamiento cuidadoso de la columna 52 es importante cuando la unidad de paraxileno se integra con una unidad de isomerización para convertir el agua madre de las líneas 55 y 60 en un isomerizado apropiado para incluirse en la alimentación nueva 10. Las cantidades excesivas de las sustancias no aromáticas pueden aumentar los regímenes de formación de coque en la zona de isomerización a no ser que se remueva prácticamente toda la nafta en la columna 52. Se retira a través de la línea de producto 29 un paraxileno comercialmente puro.

Ejemplos 5 a 8

Una corriente de hidrocarburos aromáticos de C_8 que consiste de ortoxileno, metaxileno, etilbenceno y paraxileno, y que contiene aproximadamente 23 por ciento de paraxileno, se enfrió a temperatura de aproximadamente $-62^{\circ}C.$, para proporcionar una suspensión espesa de paraxileno en una agua madre. La suspensión espesa se trasladó hacia un filtro mantenido a temperatura de aproximadamente $-62^{\circ}C.$, y el agua madre se retiró de la torta de filtro cruda de paraxileno. El tratamiento al vacío de la torta del filtro cruda disminuye la humedad de la tor-

ta del filtro hasta una escala de aproximadamente 7 por ciento a aproximadamente 10 por ciento en peso.

De conformidad con la presente invención, dicha torta del filtro se trata con tolueno que es únicamente más o menos adecuado para inundar la torta y llenar todos los intersticios de la torta del filtro sin mantener un nivel de líquido significativamente más elevado que el nivel de la torta quedando dicha cantidad dentro de la escala de 20 por ciento a 95 por ciento del peso inicial de la torta del filtro, deseablemente menor del 50 por ciento. Se logran ventajas importantes debido a que hay involucrado sólo un paso de lavar sin que se necesite agitación mecánica para volver a formar una suspensión espesa de los cristales de paraxileno en un solvente.

La escala del peso del solvente para una lavada con solvente de inundación es de 20 por ciento a 95 por ciento para acomodar no solamente las variaciones en la porosidad de la torta del filtro sino también las variaciones en el equipo en donde se lleva a cabo el paso de lavar. Es altamente deseable reducir al mínimo la lixiviación en secuencia, canalización y particularidades relacionadas de la extracción del solvente y llevar al máximo la purificación atribuible a la obturación del flujo del solvente. El tiempo de retención de la mezcla inundada de la torta del filtro y tolueno debe ser menor de

dos minutos y puede ser tan corto así como de un segundo cuando se usa una centrifuga. Habiendo disponible una cantidad controlada de tolueno para la lavada durante un periodo lo más breve que sea práctico, se activa el tipo de lavada de inundación o flujo obturado (para distinguirse de la lixiviación en secuencia).

Cuando se usa un filtro de tipo de laboratorio no se aplica vacío hasta el final del periodo de retención o contacto. Un sólo lote de tolueno se distribuyó uniformemente a través de la parte superior de la torta del filtro de manera que el flujo de la lavada a través de la torta del filtro puede describirse convenientemente como un flujo obturado. A temperatura de aproximadamente -62°C ., el tolueno disuelve aproximadamente el 10 por ciento de paraxileno. El rendimiento de la torta del filtro purificada se disminuye en aproximadamente 1 por ciento por cada 10 por ciento en peso del solvente en cantidad mayor que el lote de inundación mínimo y no de excederse de un máximo de 95% aún cuando las condiciones del flujo del tolueno logren una inundación de la torta que no sea totalmente completa.

Los datos relacionados con cuatro crio-purificaciones de paraxileno se muestran en el Cuadro I.

CUADRO I

Lavada de Un solo lote de una sola cristalización

ejemplo	% de para- xileno en la alimen- tación	Temp. de cristali- zación°C.	% de la lavada de to- lueno	antes de la lava- da de tolueno	pureza después de la la- vada de tolueno y remoción de tolueno	Rendimiento basado en	
						% en peso de paraxileno en la torta	paraxileno inicial
5	24.92	-57	42	92.7	99.63	92	100
6	23.73	-60	40	92.77	99.6	84.	91
7	22.6	-62	46	92.7	99.59	85	93
8	21.8	-63	26	92.7	99.42	92	94

Dichos datos demuestran que es capaz de lograr se ventajosamente una pureza elevada mediante el lavado por inundación de un solo lote de la torta del filtro mientras que se logra todavía un rendimiento atractivo. Dicha cristalización de una sola etapa elimina el equipo costoso relacionado con la refusión, recristalización y refiltración del paraxileno, tal y como es necesario cuando se desea una pureza del producto tal como de 99.8 por ciento.

Es posible destilar el segundo filtrado para recuperar el solvente de la lavada de tolueno. El refinado aromático de C_8 del paso de la lavada puede obtenerse como una calidad técnica de xileno o puede ser dirigido hacia una zona de isomerización o utilizarse de otra manera. Si el filtrado secundario se hace recircular hacia la alimentación, entonces el tolueno se descarga predominantemente de las zonas criogénicas mediante la descarga como sólo una pequeña parte del filtrado primario.

En un control, siguiendo el mismo procedimiento general que el descrito, pero repitiendo únicamente una lavada al 47 por ciento cuatro veces, de manera que la cantidad de tolueno usada para la lavada de la torta del filtro se aumente hasta 188 por ciento, el rendimiento se redujo al 49 por ciento del 87.18 por ciento de la torta pura y hasta 53 por ciento del contenido de paraxileno de

la torta. Dichas pérdidas de rendimiento fueron atribuibles a la lixiviación del paraxileno de la torta del filtro cruda mediante el uso de un tiempo de contacto excesivo y una cantidad excesiva de tolueno. La pureza de dicho producto era sólo del 99.64 por ciento menor de la de 99.8 por ciento requerida por algunos clientes. Una serie de controles de esta naturaleza establecieron la importancia de reducir al mínimo la cantidad de tolueno empleada para lograr convenientemente la lavada de tipo de inundación práctica y establecieron el máximo de 95 por ciento.

Al recuperar el solvente de la lavada de tolueno mediante destilación, se suscitan ciertas ventajas técnicas durante el control de la composición destilada de manera que contenga aproximadamente 10 por ciento de paraxileno. De manera semejante, un solvente de lavada de tolueno puede prepararse para que contenga 10 por ciento de paraxileno. Cuando el solvente de la lavada de tolueno contiene aproximadamente 10 por ciento de paraxileno, se obtienen rendimientos más elevados que cuando se usa tolueno puro para la lavada mientras que todavía renueva las impurezas rápida y eficazmente.

Hasta que se complete la lavada con tolueno la torta de paraxileno debe mantenerse a temperatura dentro de la escala de -50° a -75°C. ; para lograr los resultados ventajosos de la presente invención. La temperatura

del solvente de lavada de tolueno (con o sin paraxileno disuelto) debe mantenerse dentro de la escala de -70° a -40°C. , a fin de lograr los resultados ventajosos de la presente invención. Aún con tolueno, que se ha calentado a temperatura de 40°C. , puede llevarse a cabo una lavada por inundación mínima mientras que se mantienen las temperaturas de la torta fría a menos de -50°C. La cantidad de tolueno es tanto menos del 95 por ciento en peso de la torta de paraxileno como de lo suficientemente limitada para mantener la temperatura de la torta a menos de -50°C.

Mediante una serie de pruebas se ha establecido que la cantidad de tolueno que se emplea para la lavada del lote por inundación debe ser del 20 por ciento a 95, por ciento de la torta y que la alimentación inicial debe contener por lo menos 21 por ciento de paraxileno y que dicha lavada es ventajosa para los métodos de una sola etapa que requieren purezas mayores del 99.2 por ciento pero menores del 99.8 por ciento de paraxileno.

Son posibles varias modificaciones de la invención, sin desviarse del alcance de las cláusulas anexas.

En resumen la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1.- Un método para la purificación de paraxileno en donde un material de alimentación líquido que consiste en paraxileno se enfría para separar una torta del filtro crudo de paraxileno y en donde dicha torta del filtro cruda luego se trata para obtener paraxileno de pureza comercial, caracterizado por los pasos de: controlar la composición del material de alimentación para que contenga por lo menos 21 por ciento de paraxileno y la mayoría del resto que está constituida de hidrocarburos aromáticos de C_8 ; mantener la torta del filtro a una temperatura dentro de la escala de $-75^{\circ}C.$, a $-50^{\circ}C.$, a través del procedimiento de purificación; someter la torta del filtro a lavado por inundación con un solvente de hidrocarburo que tiene una temperatura de congelación dentro de la escala de $-130^{\circ}C$ a $-75^{\circ}C.$, y una temperatura de ebullición dentro de la escala de $35^{\circ}C$ a $115^{\circ}C.$, constituyendo el solvente del 20 por ciento al 95 por ciento del peso inicial de la torta del filtro, y teniendo el solvente una temperatura inicial dentro de la escala de $-70^{\circ}C.$, a $40^{\circ}C.$, siendo retirado el filtrado de la torta del filtro purificada de esta manera y lográndose el lavado por inundación rápidamente con un tiempo de contacto del solvente de la lavada con la torta de menos de dos minutos; y recuperar paraxileno que tiene una pureza de

por lo menos 99.2 por ciento fundiendo y destilando dicha torta purificada de una cristalización de paraxileno de una sola etapa.

2.- Un método de conformidad con lo reivindicado en la reivindicación 1, caracterizado en que tanto la temperatura inicial del solvente de la lavada como la temperatura del efluente del solvente de la lavada queda dentro de la escala de -70°C a -10°C .

3.- Un método de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que el tiempo de contacto es de 1 a 5 segundos.

4.- Un método de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que el solvente de la lavada es tolueno.

5.- Un método de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que el solvente de la lavada se selecciona de ciclo-pentano, metilciclohexano, cicloalcanos substituidos con alquilo y mezclas de los mismos.

6.- Un método de conformidad con lo reivindicado en la reivindicación 5, caracterizado en que el solvente de la lavada se selecciona de 2,2,4-trimetilpentano, 2,2,3-trimetilpentano, 2,3,4-trimetilpentano y mezclas de los mismos.

7.- Un método de conformidad con lo reivindicado

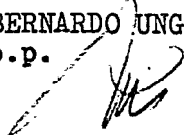
en cualesquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que el solvente de la lavada se selecciona de nafta y fracciones de alquilato que hierven a temperatura dentro de la escala de aproximadamente 90° a 100°C.

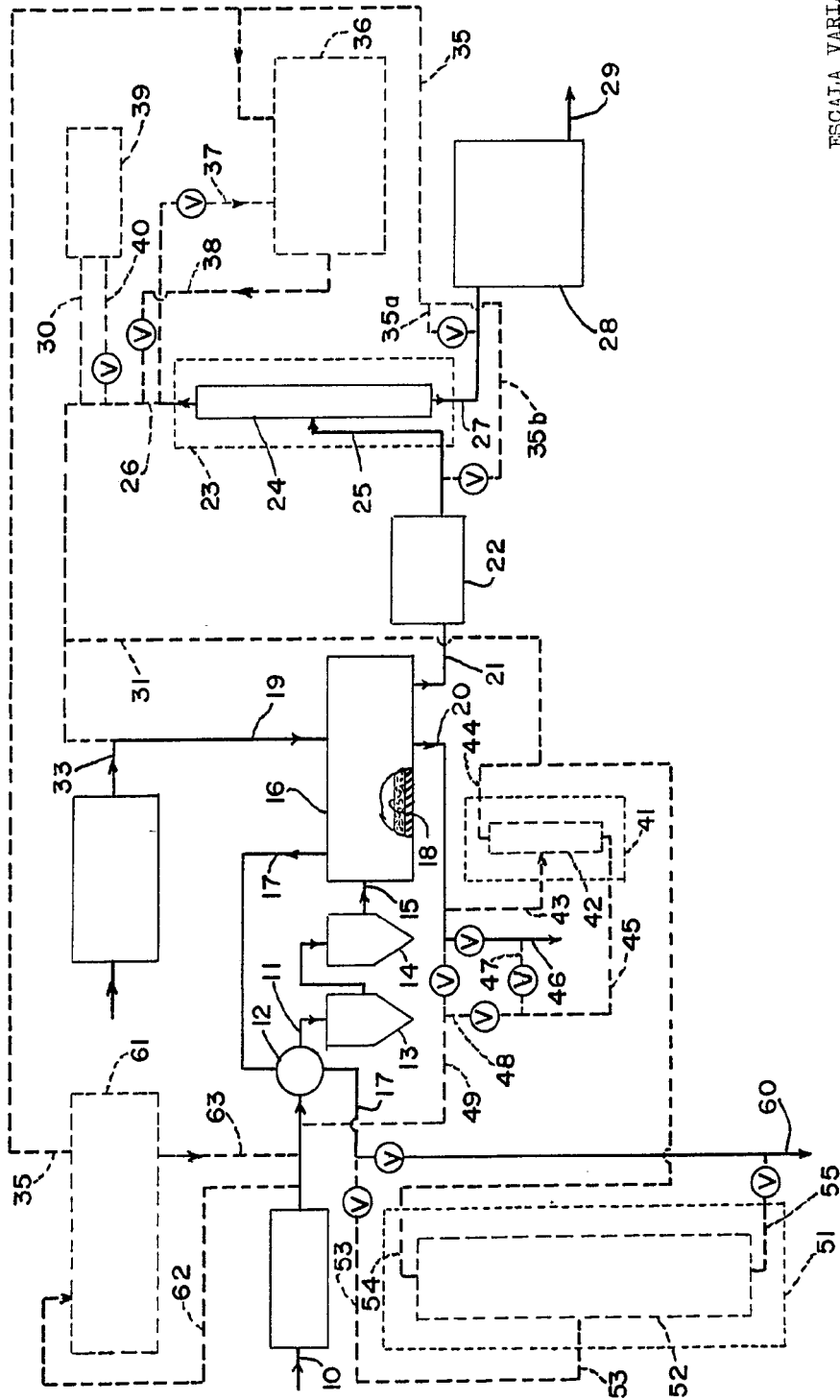
8.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita:
" UN METODO PARA LA PURIFICACION DE PARAXILENO "

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria Descriptiva que consta de cuarenta páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

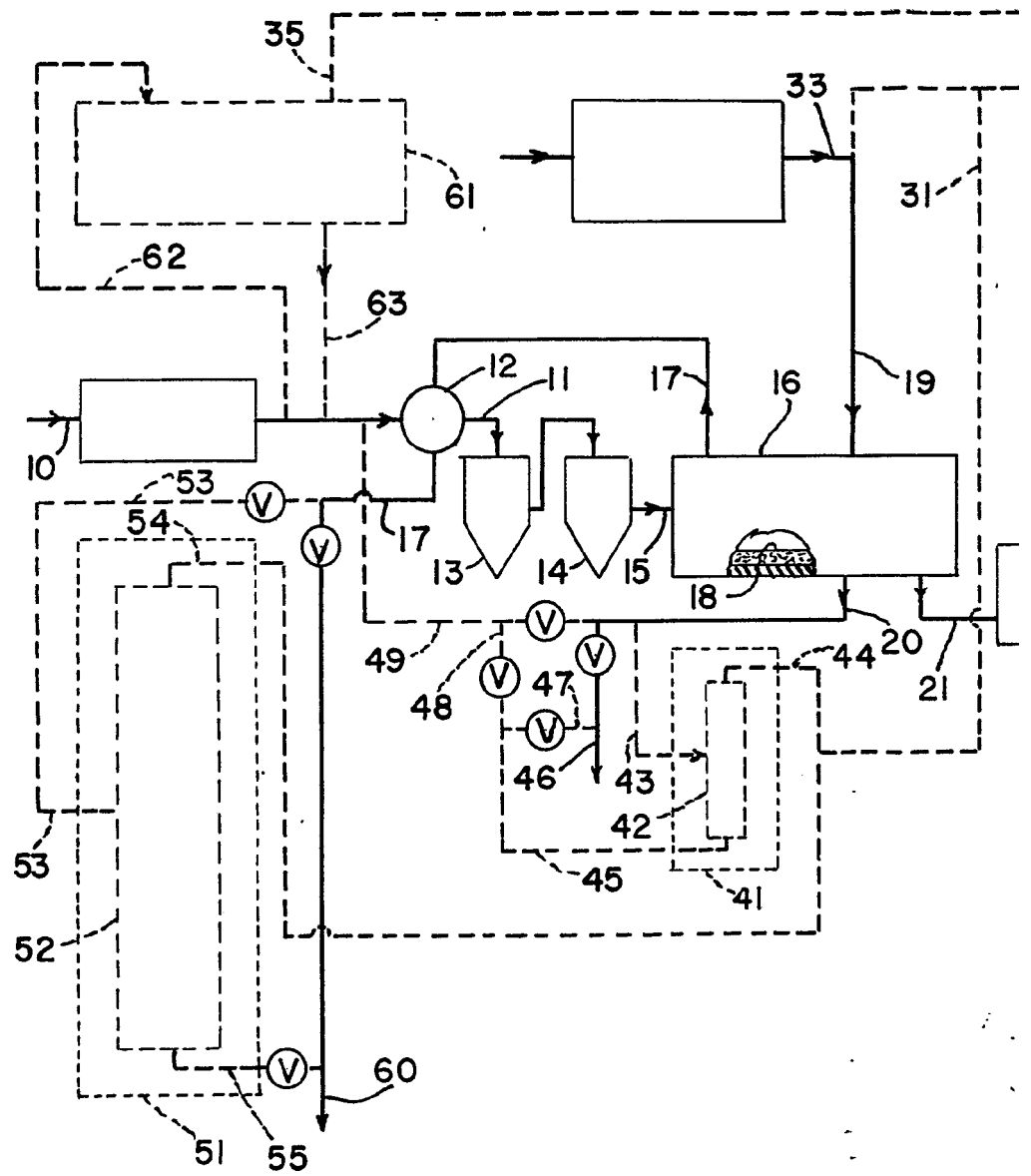
Madrid, 21 de Marzo de 1974

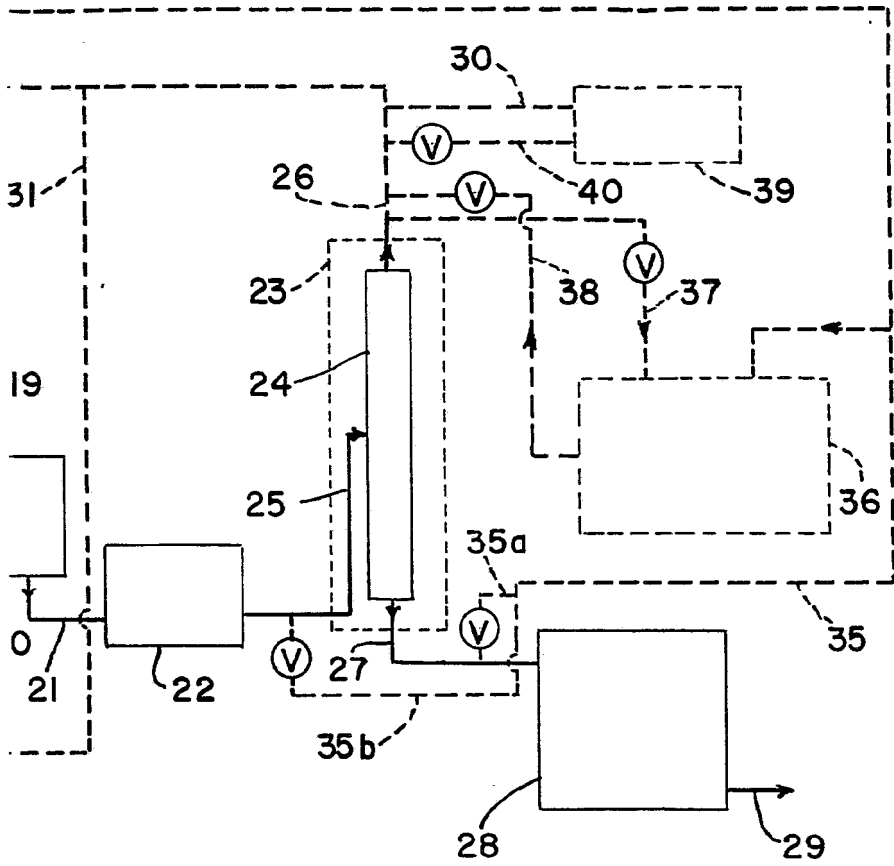
BERNARDO UNGHERA
P.P.





ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de marzo 1974
BERNARDO UNGRIA
P.P.





ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de marzo 1974
BERNARDO UNGRIA
p.p.