



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 200**

51 Int. Cl.:
B01J 20/18 (2006.01)
C07C 15/08 (2006.01)
C07C 7/13 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **98942751 .3**
96 Fecha de presentación : **18.08.1998**
97 Número de publicación de la solicitud: **1011858**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **28.06.2000**

54 Título: **Adsorbentes ceolíticos aglomerados, su procedimiento de obtención y su utilización para la adsorción de paraxileno a partir de fracciones de C₈ aromáticos.**

30 Prioridad: **21.08.1997 FR 97 10535**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
26.07.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
26.07.2011

73 Titular/es: **CECA S.A.**
89, boulevard National
92250 La Garenne-Colombes, FR
Institut Français du Pétrole

72 Inventor/es: **Plee, Dominique y**
Methivier, Alain

74 Agente: **Zea Checa, Bernabé**

ES 2 363 200 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Adsorbentes ceolíticos aglomerados, su procedimiento de obtención y su utilización para la adsorción de paraxileno a partir de fracciones de C₈ aromáticos.

CAMPO DE LA INVENCION

- 5 **[0001]** El campo de la invención es el de los adsorbentes ceolíticos para la separación de los xilenos, en particular de cara a la producción industrial de paraxileno.

TÉCNICA ANTERIOR

[0002] La industria demanda paraxileno de gran pureza, entre otras aplicaciones, para su transformación en ácido tereftálico destinado para la fabricación de PET.

- 10 **[0003]** La técnica anterior ha reconocido que los adsorbentes formados por ceolitas X o Y intercambiados por medio de iones como el bario, el potasio o el estroncio, solos o mezclados, son eficaces para adsorber de forma selectiva el paraxileno en una mezcla que contiene al menos otro isómero aromático de C₈. Las patentes US 3 558 730, US 3 558 732, US 3 626 020 y US 3 663 638 divulgan unos adsorbentes que comprenden unos aluminosilicatos intercambiados por bario y potasio que separan de forma eficaz el paraxileno de una mezcla de isómeros aromáticos de C₈. Estos adsorbentes se utilizan como agentes de adsorción en los procedimientos en fase líquida, de preferencia de tipo contracorriente simulado similares a los que se describen en el documento US 2 985 589, que se aplican, entre otras, a las fracciones de C₈ aromáticos resultantes, por ejemplo, de los procedimientos de dialquilación de benceno, en los procedimientos en fase gaseosa.

- 20 **[0004]** La eficacia del procedimiento industrial de separación del paraxileno dependen, para una buena parte del adsorbente, de su capacidad de adsorción y de la selectividad que muestra para el paraxileno en un medio formado por aromáticos de C₈, de forma habitual por paraxileno mismo (PX), por metaxileno (MX), por ortoxileno (OX), por etilbenceno (EB), así como por la capacidad de los adsorbentes, como el tolueno y el paradietilbenceno, para desadsorber el paraxileno adsorbido.

- 25 **[0005]** Se define la selectividad Sel(B/A) del adsorbente para un compuesto (B) con respecto a un compuesto (A) como la relación de las concentraciones de los compuestos en la fase adsorbida, dividida por la relación de las concentraciones de los compuestos en la fase no adsorbida en equilibrio.

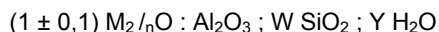
[0006] La ecuación de la selectividad es la siguiente:

$$\text{Sel(B/A)} \quad \acute{\text{e}}\text{l(B/A)} = \frac{(\text{B})_z / (\text{A})_z}{(\text{B})_s / (\text{A})_s}$$

en la que B(z) y (B)_s representan las concentraciones de B en la ceolita y en la solución respectivamente,

- 30 en la que (A)_z y (A)_s representan las concentraciones de A en la ceolita y en la solución. El método de apreciación de estas magnitudes se expone más adelante.

- 35 **[0007]** Las ceolitas que se encuentran en la técnica anterior para la separación de los xilenos pertenecen al tipo estructural de la faujasita, descritas por primera vez en los documentos US 2 882 244 y US 3 130 007, que son unos aluminosilicatos cristalizados que poseen unas jaulas de tamaño perfectamente determinado conectadas en las tres dimensiones. Las faujasitas responden a la fórmula general:



en la que

M representa al menos un catión alcalino o alcalinotérreo de valencia n;

Y es inferior o igual a 8 según la naturaleza de M y el grado de hidratación del cristal;

- 40 W es el factor que permite hacer una distinción entre las faujasitas ricas en sílice (faujasitas Y) y las faujasitas ricas en alúmina (faujasitas X). Se acuerda situar las faujasitas X en el campo $W \leq 3$ y las faujasitas Y en el campo $W \geq 3$, lo que se interpreta más bien según la relación atómica Si/Al, por encima o por debajo de 1,5. En el sentido de la presente

invención se introduce una distinción suplementaria cómoda con las faujasitas con bajo contenido en sílice (que se denominará LSX, abreviatura que el experto en la materia entiende como Low Silica X), para $W \square 2,3$ ($Si/Al \leq 1,15$).

5 **[0008]** La técnica anterior solo ha reconocido, como adsorbente para la separación de los xilenos, las faujasitas intercambiadas con bario con unas relaciones atómicas Si/Al entre 1,2 y 2,6. En este tema, parece que el experto en la materia no tiene un criterio simple y lo suficientemente fiable como para prever su comportamiento. Del mismo modo la búsqueda de adsorbentes permanentemente mejorados proviene en mayor o menor medida de investigaciones aleatorias, como por ejemplo el resultado que expone y reivindica el documento US 3 878 127 con un intercambio de bario, más exactamente dicho de ceolita X, previamente tratada con una solución de sosa. La solicitante propone unos adsorbentes que ofrecen unas selectividades paraxileno/ metaxileno o paraxileno/ ortoxileno de, al menos, 2,0 y de forma ventajosa de, al menos, 2,5 medidas de acuerdo con el ensayo que se describe en los ejemplos. La invención alcanza este resultado con algunas ventajas que se mostrarán en la descripción.

EXPLICACIÓN DE LA INVENCION

15 **[0009]** La presente invención tiene por objeto unos adsorbentes ceolíticos aglomerados con un ligante que comprenden al menos un 70 %, y de preferencia al menos un 80 %, de faujasita con una relación atómica Si/Al de $1 \leq Si/Al \leq 1,15$, cuyos sitios intercambiables están ocupados al menos en un 70 % por unos iones de bario, y eventualmente hasta en un 30 % por potasio (el complemento eventual estando, por lo general, garantizado por unos iones alcalinos o alcalinotérreos diferentes del bario y del potasio) y al menos en un 30 %, de preferencia como máximo en un 20 %, de ligante, siendo las faujasitas preferidas aquellas cuya tasa global de intercambio de bario solo o de bario + potasio es superior o igual al 90 %.

20 **[0010]** Un procedimiento de preparación de los adsorbentes ceolíticos aglomerados de acuerdo con la invención consiste, en primer lugar, en aglomerar polvo de ceolita con una relación Si/Al de $1 \leq Si/Al \leq 1,15$ con un ligante, de preferencia, ceolitizable.

25 **[0011]** Por aglomeración se entiende la obtención de partículas sólidas a partir de una mezcla de ceolita(s) y de ligante(s) por medio de cualquiera de las técnicas conocidas por el experto en la materia, como extrusión, granulación, compactado, atomización. El contenido efectivo de ligante del aglomerado no supera, por lo general, el 30 %, y de preferencia el 20 %, de la masa total del adsorbente. Se mejora de forma sustancial la eficacia de estos adsorbentes reservando como ligante de aglomeración una arcilla de la familia del caolín, en la práctica la caolinita o la halloisita, y sometiendo los granulados a ceolitización.

30 **[0012]** La ceolitización del ligante se realiza mediante inmersión del aglomerado en un licor alcalino, con sosa o mezcla de sosa y de potasio cuya concentración es de preferencia de al menos 0,5 M, una vez que los granos se hayan calcinado, esta primera calcinación teniendo como primer resultado el endurecimiento del grano, pero también la activación de la arcilla transformándola en metacaolín. La ceolitización se realiza de preferencia en caliente, un trabajo a muy elevada temperatura que mejora la cinética del proceso y que reduce los tiempos de inmersión. Se obtienen de este modo cómodamente unas ceolitizaciones de al menos el 50 % del ligante, es decir que el adsorbente resultante está, por lo general, formado por al menos un 85 %, y de preferencia por al menos un 90 %, de ceolita de tipo faujasita activa y por al menos un 15 %, de preferencia como máximo por un 10 %, de materia inactiva para la adsorción.

35 **[0013]** El intercambio de bario se realiza de forma totalmente convencional, de preferencia mediante intercambios sucesivos de tal modo que se alcance una tasa de intercambio pretendida mínima de al menos un 70 % y de preferencia de al menos un 90 %.

40 **[0014]** El intercambio de potasio puede realizarse antes o después del intercambio de bario, pero también es posible aglomerar polvo de faujasita LSX que ya contenga iones de potasio.

[0015] La activación es la última etapa de la obtención de los adsorbentes de la invención. Esta tiene como objetivo fijar el contenido de agua, de forma más simple la merma por calor del adsorbente dentro de los límites óptimos. Se procede de la forma más práctica mediante activación térmica, que se realiza de modo preferente entre 180 y 250° C.

45 **[0016]** La invención también consiste en un perfeccionamiento del procedimiento de recuperación de paraxileno a partir de fracciones de isómeros C_8 aromáticos que consiste en utilizar como agente de adsorción un adsorbente ceolítico a base de faujasita con una relación Si/Al de $1 \leq Si/Al \leq 1,15$, cuyos sitios intercambiables están ocupados al menos en un 70 % por iones de bario (el complemento estando garantizado mediante iones alcalinos o alcalinotérreos diferentes del bario) aglomerada con un ligante, de preferencia ceolitizable. Los adsorbentes ceolíticos aglomerados de acuerdo con la invención son adecuados cuando se aplican en procedimientos en fase líquida o en fase gaseosa.

[0017] De este modo se puede separar el producto deseado por cromatografía líquida de adsorción preparatoria (en lote), de forma ventajosa en lecho móvil simulado, es decir, a contracorriente simulada o de corriente paralela simulada, y más en particular a contracorriente simulada.

5 **[0018]** Las condiciones operativas de una unidad industrial de adsorción de tipo contracorriente simulada son, por lo general, las siguientes:

número de lechos	de 6 a 30
número de zonas	al menos 4
temperatura	de 100 a 250°C, de preferencia de 150 a 190°C
presión	de 0,2 a 3 MPa

10 relación de los caudales que desadsorbe por carga de 1 a 2,5
(por ejemplo de 1,4 a 1,8 para una única unidad de adsorción (stand alone) y de 1,1 a 1,4 para una unidad de adsorción combinada en una unidad de cristalización)

tasa de reciclado de 3,5 a 12, de preferencia de 4 a 6

[0019] Podrá hacerse referencia a las patentes US 2 985 589, US 5 284 992 y US 5 629 467.

15 **[0020]** Las condiciones operativas de una unidad industrial de adsorción de corriente paralela son, por lo general, las mismas que las que funcionan a contracorriente simulada con la excepción de la tasa de reciclado que está comprendida, por lo general, entre 0,8 y 7. Podrá hacerse referencia a las patentes US 4 402 832 y US 4 498 991.

20 **[0021]** El disolvente de desadsorción puede ser un desadsorbente cuyo punto de ebullición es inferior al de la carga, como el tolueno, pero también un desadsorbente cuyo punto de ebullición es superior al de la carga, como el paradietilbenceno (PDEB).

25 **[0022]** Se prefieren aquí las faujasitas con una relación Si/Al prácticamente igual a 1, que se prepara de acuerdo con el modo de obtención que se describe en la patente europea EP 486 384 o en la patente US 5 173 462. La selectividad de los adsorbentes de acuerdo con la invención para la adsorción del p-xileno contenido en unas fracciones aromáticas de C₈ es óptima cuando su merma por calor medida a 900 °C está comprendida, por lo general, entre un 4,0 y un 7,7 %, y de preferencia entre un 5,2 y un 7,7 %. El agua y un poco de dióxido de carbono se incluyen en la merma por calor.

[0023] Los ejemplos que se muestran a continuación, no excluyentes, facilitarán la comprensión de la invención.

EJEMPLOS

[0024] Estos ejemplos se refieren a la medición o la apreciación de algunas magnitudes características de los adsorbentes de la invención.

30 **[0025]** Para apreciar la selectividad que ofrece el adsorbente de un procedimiento de separación de paraxileno, se le aplica un ensayo que permite medir su poder de separación entre el paraxileno (PX) y sus isómeros C₈ aromáticos (MX, OX), pero también entre el paraxileno y el etilbenceno (EB), lo que es importante porque algunas fracciones pueden ser ricas en etilbenceno y no serlo en otros isómeros C₈, y también entre el paraxileno y el desadsorbente, porque también es muy importante disponer de una selectividad débil PX / desadsorbente, condición para que la desadsorción sea eficaz.

[0026] El ensayo consiste en sumergir un adsorbente (17 gramos) activado, de forma previa, térmicamente y enfriado a resguardo del aire, en 80 g de una mezcla de aromáticos disueltos en 2,2,4 trimetilpentano.

[0027] La composición exacta de la mezcla es la siguiente:

40	PX	2 %
	MX	2 %
	OX	2 %
	EB	2 %

desadsorbente (tolueno o p-dietilbenceno) 2 %

2,2,4-trimetilpentano

el resto

5 **[0028]** Se procede en el autoclave a 150 °C, durante 4 horas, tiempo suficiente para garantizar el equilibrio de adsorción. Una parte del líquido se extrae entonces, condensado a -30°C y se analiza por cromatografía en fase gaseosa. Es entonces posible retomar las concentraciones en la fase adsorbida y en la fase no adsorbida y expresar la cantidad de paraxileno adsorbido y las selectividades de paraxileno con respecto a otros aromáticos y al desadsorbente. El 2,2,4-trimetilpentano no altera estos resultados, al adsorberse muy poco.

[0029] Para los ejemplos 1 a 9, el desadsorbente que se aplica es el tolueno y el paradietilbenceno para el ejemplo 10.

10 EJEMPLO 1: preparación de un adsorbente testigo

15 **[0030]** Se aglomera una ceolita NaX industrial, con una relación Si/Al = 1,25 y con una relación Na/Al = 1, mezclando íntimamente 850 gramos de polvo de ceolita X (expresados en equivalente calcinado), 150 gramos de caolinita de Charentes (expresados en equivalente calcinado) y 6 gramos de carboximetilcelulosa (aditivo de retención destinado a retener el agua durante la operación de extrusión) con la cantidad de agua adecuada para la extrusión. El extruido se seca, se tritura de tal modo que se obtienen unos granos cuyo diámetro equivalente es igual a 0,7 mm, y a continuación se calcina a 550 °C bajo una corriente de nitrógeno durante 2 horas. Su capacidad de adsorción de tolueno, determinada a 25 °C y a una presión parcial de 0,5, es de un 20,2 %; se le interpreta en volumen microporoso de $20,2/0,86 = 0,235 \text{ cm}^3/\text{g}$ (en el cálculo del volumen poroso, se considera que la densidad de la fase líquida es idéntica a la densidad del tolueno adsorbido, es decir, 0,86). Este granulado se intercambia por medio de una solución de cloruro de bario 0,5 M a 95 °C en 4 etapas. En cada etapa, la relación volumen de solución por masa del sólido es de 20 ml/g y el intercambio se continúa durante 4 horas cada vez. Entre cada intercambio, el sólido se lava varias veces de tal modo que se eliminen los excedentes de sal. A continuación se activa a una temperatura de 250 °C durante 2 horas bajo una corriente de nitrógeno. Su capacidad de adsorción de tolueno es de un 14,8 %, asimilada a un volumen microporoso de $0,17 \text{ cm}^3/\text{g}$. También se mide la merma por calor, magnitud importante puesto que da una estimación del agua residual presente en el adsorbente: se constata aquí una merma por calor de un 4,5 %.

[0031] La aplicación del ensayo de selectividad conduce a los siguientes resultados:

Isómeros	Selectividad
PX/OX	2,25
PX/MX	2,12
PX/EB	1,77
PX/Tol	1,52

[0032] La cantidad de paraxileno adsorbido es igual a 0,054 cm³/g.

[0033] La tasa efectiva de ceolita contenida en este adsorbente está próxima a un 85 %.

30 EJEMPLO 2: preparación de un adsorbente de acuerdo con la invención

35 **[0034]** Se aglomeran 950 gramos (equivalente calcinado) de una ceolita X, con una relación Si/Al = 1,01, obtenida de acuerdo con el procedimiento que se describe en la patente europea EP 0486 384 o en la patente US 5 173 462, con 170 gramos (equivalente calcinado) de caolinita de Charentes, 6 gramos de carboximetilcelulosa y la cantidad de agua adecuada para poder extraer correctamente la pasta que se obtiene. A continuación los extruidos se secan y seguidamente se calcinan a una temperatura de 600 °C durante 2 horas bajo una corriente de nitrógeno seco. Se procede entonces a un triturado de tal modo que se obtiene el diámetro equivalente de las partículas a 0,7 mm.

40 **[0035]** Los triturados obtenidos de este modo se someten a un tratamiento de intercambio de bario que ya se ha descrito en el ejemplo 1 y se activan térmicamente a una temperatura de 220 °C. El producto que se obtiene de este modo tiene una merma por calor de un 5 % y una capacidad de adsorción de tolueno de un 13 % (volumen microporoso $0,15 \text{ cm}^3/\text{g}$).

[0036] El adsorbente responde al ensayo de selectividad con los siguientes valores:

Isómeros	Selectividad
PX/OX	2,60
PX/MX	2,55
PX/EB	2,80
PX/Tol	2,00

5 **[0037]** La cantidad de paraxileno adsorbido durante el ensayo es de 0,057 cm³/g, esto es la misma que la que se ha medido en el adsorbente del ejemplo 1 a pesar de la diferencia de volumen microporoso. También se observa una mejor selectividad frente al etilbenceno, lo que puede resultar interesante cuando hay que tratar cargas ricas en este isómero. La cifra de la selectividad del paraxileno frente al tolueno es plenamente favorable para una desadsorción del paraxileno mediando un consumo razonable de desadsorbente.

EJEMPLO 3: preparación de un adsorbente de acuerdo con la invención

10 **[0038]** Como en el ejemplo anterior, se aglomeran 950 gramos de una ceolita X, con una relación Si/Al = 1,01, con 170 gramos de caolinita de Charentes, 6 gramos de carboximetilcelulosa y la cantidad de agua adecuada. Se extruye. Los extruidos se secan y se calcinan a una temperatura de 600 °C durante 2 horas bajo una corriente de nitrógeno seco, y a continuación se trituran de tal modo que se obtiene un diámetro equivalente a 0,7 mm.

[0039] Se sumergen ahora 10 gramos de estos aglomerados en 17 ml de una solución de sosa de 220 g/l durante 3 horas a 95 °C. Se lavan sucesivamente cuatro veces con agua.

15 **[0040]** Para estimar la eficacia de la ceolitización, una pequeña parte del producto se lleva hasta 550 °C bajo una corriente de nitrógeno seco y se le determina una capacidad de adsorción de tolueno de un 21,6 %. El contenido global de ceolita activa se estima en un 95 %, es decir, superior a su contenido inicial en el adsorbente aglomerado.

[0041] El sólido se intercambia a continuación con bario en las mismas condiciones que las que se han expuesto en el ejemplo 1. Se miden, tras la activación con nitrógeno seco a 220 °C durante 2 horas, una capacidad de adsorción de tolueno de un 15 % (volumen microporoso: 0,175 cm³/g) y una merma por calor de un 5,2 %.

20 **[0042]** El adsorbente preparado de este modo se evalúa de acuerdo con el ensayo de selectividad.

[0043] Se obtiene:

Isómeros	Selectividad
PX/OX	2,64
PX/MX	2,60
PX/EB	2,75
PX/Tol	1,94

25 **[0044]** La cantidad de paraxileno adsorbido durante el ensayo es igual a 0,066 cm³/g. Las selectividades frente a diferentes isómeros son fácilmente comparables con la del adsorbente del ejemplo 2, lo que se traduce en que el elemento activo de los dos productos es una ceolita LSX. La ganancia sustancial de paraxileno adsorbido es la consecuencia de la riqueza en LSX como consecuencia de la zeolitización del ligante.

EJEMPLOS 4 A 7: preparación y ensayo de los adsorbentes, de acuerdo con la invención, que han sufrido diferentes activaciones finales

30 **[0045]** Se repite la preparación de muestra como en el ejemplo 3, con la única diferencia de que se varía la temperatura de activación entre 180 ° y 300 °C: 180 °C para el ejemplo 4, 200 °C para el ejemplo 5, 220 °C (se retoma el ejemplo 3), 250 °C para el ejemplo 6, 300 °C para el ejemplo 7.

[0046] Las características comparadas de estos productos se recogen en la siguiente tabla:

Ejemplos	4	5	3	6	7
Temperatura de activación (°C)	180	200	220	250	300
Microporosidad	0,132	0,17	0,175	0,178	0,185
Paraxileno adsorbido	0,0506	0,065	0,066	0,062	0,051
PX/OX	2,91	4,21	2,64	2,17	1,45
PX/MX	3,06	3,11	2,60	2,01	1,55
PX/EB	2,00	2,37	2,75	2,76	2,34
PX/Tol	2,28	1,55	1,94	1,90	1,19
Merma por calor (%)	7,7	6,6	5,2	4,4	2,4

5 **[0047]** El objetivo preferente de selectividad PX/OX y PX/MX de al menos 2,5 se logra para estas ceolitas cuando la merma por calor (en otras palabras, la cantidad de agua) medida tras la etapa de activación del producto intercambiado es de entre un 5,2 a un 7,7 %, lo que se alcanza prácticamente por activación térmica a una temperatura situada entre 180 y 220 °C.

[0048] El objetivo preferente de selectividad PX/EB de al menos 2,5 se logra para estas ceolitas cuando la merma por calor (en otras palabras, la cantidad de agua) es de entre un 4,4 a un 5,2 %, lo que se alcanza prácticamente por activación térmica a una temperatura situada entre 220 y 250 °C.

10 **[0049]** La activación a 250 °C altera ligeramente estos rendimientos, el producto manteniéndose no obstante interesante para tratar fracciones más bien ricas en etilbenceno.

EJEMPLO 8

[0050] Se preparan unas muestras de aglomerados como se indica en el ejemplo 3, que se intercambian con potasio y a continuación de acuerdo con el siguiente modo operativo:

15 En un aglomerado cuyo ligante se ha ceolitizado, se realiza un intercambio forzado con potasio por medio de una solución de KCl 1 M a 25 °C en 4 etapas sucesivas. En cada etapa, la relación volumen de solución por masa del sólido es de 20 ml/g y el intercambio se continúa durante 4 horas cada vez. Entre cada intercambio, el sólido se lava varias veces de tal modo que se eliminen los excedentes de sal. El producto que se obtiene presenta una tasa de intercambio de potasio de un 97,5 %. Sufre entonces 2 operaciones de intercambio de bario idénticas a las que se han descrito en el ejemplo 1. Tras todas estas operaciones, el sólido finalmente se activa a una temperatura de 200 °C durante 2 horas
20 bajo una corriente de nitrógeno. Presenta las siguientes características:

tasa de intercambio de bario	74,3 %
tasa de intercambio de potasio	24 %
capacidad de adsorción de tolueno	15 %
volumen microporoso	0,174 cm ³ /g
25 merma por calor a 900 °C	6,4 %

[0051] El adsorbente preparado de este modo responde al ensayo de selectividad con los siguientes valores:

Isómeros	Selectividad
PX/OX	3,82
PX/MX	3,01
PX/EB	2,42
PX/Tol	1,72

[0052] La cantidad de paraxileno adsorbido durante el ensayo es de 0,06 cm³/g.

EJEMPLO 9

5 **[0053]** Se aglomeran 950 gramos (equivalente calcinado) de una ceolita X, con una relación Si/Al = 1,12, cuya síntesis se inspira en "Investigation on the crystallization of X-type zeolites" de H. Lechert, Zeolites, 1991, vol. 11, pp. 720-728, con 170 gramos (equivalente calcinado) de caolinita de Charentes, 6 gramos de carboximetilcelulosa y la cantidad de agua adecuada para poder extruir correctamente la pasta que se obtiene. A continuación los extruidos se secan y seguidamente se calcinan a una temperatura de 600 °C durante 2 horas bajo una corriente de nitrógeno seco. Se procede entonces a un triturado de tal modo que se obtiene el diámetro equivalente de las partículas a 0,7 mm.

10 **[0054]** Los triturados obtenidos de este modo se someten a un tratamiento de intercambio de bario que ya se ha descrito en el ejemplo 1 y se activan térmicamente a una temperatura de 220 °C durante 2 horas. El producto que se obtiene de este modo tiene una merma por calor de un 5,2 % y una capacidad de adsorción de tolueno de un 13,7 % (volumen microporoso 0,159 cm³/g).

[0055] El adsorbente responde al ensayo de selectividad con los siguientes valores:

Isómeros	Selectividad
PX/OX	2,52
PX/MX	2,50
PX/EB	2,62
PX/Tol	1,78

15 **[0056]** La cantidad de paraxileno adsorbido durante el ensayo es de 0,059 cm³/g.

EJEMPLO 10

[0057] El adsorbente preparado en el ejemplo 3 se somete a un ensayo de selectividad idéntico utilizando el paradietilbenceno como desadsorbente y se obtienen los siguientes valores:

Isómeros	Selectividad
PX/OX	2,65
PX/MX	2,58
PX/EB	2,70
PX/PDEB	1,12

REIVINDICACIONES

- 5 1. Adsorbentes ceolíticos aglomerados con un ligante que comprenden al menos un 70 %, y de preferencia al menos un 80 %, de faujasita con una relación atómica Si/Al de $1 \leq \text{Si/Al} \leq 1,15$, cuyos sitios intercambiables están ocupados al menos en un 70 % por iones de bario y eventualmente hasta un 30 % por potasio (el complemento eventual estando, por lo general, garantizado por unos iones alcalinos o alcalinotérreos distintos del bario y del potasio), y como máximo por un 30 %, de preferencia como máximo por un 20 %, de ligante.
2. Adsorbentes de acuerdo con la reivindicación 1 aglomerados con un ligante ceolitizable, de preferencia una arcilla de la familia del caolín, como la caolinita o la halloisita.
3. Adsorbentes de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 cuya tasa global de intercambio de bario solo es superior o igual a un 90 %.
- 10 4. Adsorbentes de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 cuya tasa global de intercambio de bario + potasio es superior o igual a un 90 %.
5. Adsorbentes de acuerdo con la reivindicación 1 a 4 cuya merma por calor medida a 900 °C está comprendida entre un 4,0 y un 7,7 %, y de preferencia entre un 5,2 y un 7,7 %.
- 15 6. Procedimiento de obtención de los adsorbentes tal y como se definen en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 que comprende las siguientes etapas:
- a/ aglomeración de polvo de ceolita con un ligante;
- b/ calcinación del aglomerado;
- c/ ceolitización eventual del ligante mediante inmersión del aglomerado en un licor alcalino, sosa o mezcla de sosa y potasio;
- 20 d/ intercambio de bario y eventualmente de potasio;
- e/ activación.
7. Procedimiento de obtención de adsorbentes de acuerdo con la reivindicación 6, que se caracteriza porque la activación en la etapa e/ es una activación térmica realizada a una temperatura de 180 a 250 °C.
- 25 8. Procedimiento de recuperación de paraxileno a partir de fracciones de isómeros C₈ aromáticos en fase líquida, mediante adsorción del paraxileno por medio de un adsorbente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en presencia de un desadsorbente.
9. Procedimiento de recuperación de paraxileno de acuerdo con la reivindicación 8 de tipo lecho móvil simulado.
10. Procedimiento de recuperación de paraxileno de acuerdo con la reivindicación 9 de tipo contracorriente simulada.
- 30 11. Procedimiento de recuperación de paraxileno de acuerdo con la reivindicación 9 de tipo corriente paralela simulada.
12. Procedimiento de recuperación de paraxileno a partir de fracciones de isómeros C₈ aromáticos en fase gaseosa, mediante adsorción del paraxileno por medio de un adsorbente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en presencia de un desadsorbente.
- 35 13. Procedimiento de recuperación de paraxileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 12 en el que el desadsorbente es el tolueno o el paradietilbenceno.