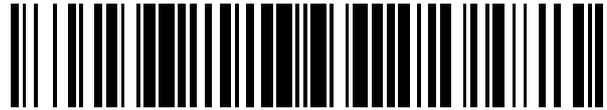


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 460 955**

51 Int. Cl.:

B01D 29/11 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.08.2004 E 04780024 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.04.2014 EP 1663439**

54 Título: **Un procedimiento de separación de sólidos-líquidos**

30 Prioridad:

16.09.2003 US 663918

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

16.05.2014

73 Titular/es:

**BP CORPORATION NORTH AMERICA INC.
(100.0%)
501 Westlake Park Boulevard
Houston, TX 77079 , US**

72 Inventor/es:

**WILSAK, RICHARD, A.;
ROBERTS, SCOTT, A.;
COMSTOCK, DEAN, B.;
STEFANSKI, RONALD y
HUFF, GEORGE, A.**

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 460 955 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

Un procedimiento de separación de sólidos-líquidos

5 Campo de la invención

[0001] La presente invención se refiere a un procedimiento para separar líquido(s) de sólidos de para-xileno en una suspensión de alimentación.

10 Antecedente de la invención

[0002] Los procedimientos de separación de sólidos-líquidos son importantes en una variedad de industrias incluyendo, pero sin limitar, la industria química, la industria farmacéutica y la industria de tratamiento de agua y residuos. Dichos procedimientos de separación de sólidos-líquidos varían, y pueden incluir, pero sin limitar, filtración a vacío o con presión, centrifugación, sedimentación y clarificación. En muchos procedimientos químicos, estos procedimientos de separación de sólidos-líquidos a menudo tienen una función crítica en la fabricación de productos intermedios químicos particulares. Por ejemplo, la purificación de para-xileno para la fabricación de ácido tereftálico históricamente ha requerido centrifugación para lograr niveles de pureza del para-xileno de aproximadamente 99,7%.

[0003] La purificación de para-xileno típicamente empieza con una alimentación de hidrocarburos aromáticos C_8 que típicamente comprende etilbenceno y mezcla de isómeros de xileno, tales como orto-xileno, meta-xileno y para-xileno. Los procedimientos para separar estos isómeros de xileno incluyen cristalización a baja temperatura, destilación fraccionada y adsorción.

[0004] A menudo se prefiere la cristalización para separar el para-xileno de la corriente de alimentación de compuestos aromáticos C_8 , porque aunque los isómeros de xileno tienen puntos de ebullición indeseablemente similares, tienen puntos de fusión notablemente diferentes. El para-xileno puro congela a 13,3 °C (56 °F), el meta-xileno puro congela a -47,8 °C (-54 °F), el orto-xileno puro congela a -25 °C (-13 °F), y el etilbenceno puro congela a -95 °C (-139 °F).

[0005] La recuperación y purificación del para-xileno de una mezcla de isómeros de xileno por cristalización, típicamente están limitadas por la formación de uno o el otro de los dos eutécticos binarios, el eutéctico binario de para-xileno/meta-xileno o el eutéctico binario de para-xileno/orto-xileno. Dependiendo de la composición inicial de la mezcla, el para-xileno cristalizará en la mezcla al disminuir la temperatura de la mezcla, y la composición de las aguas madre se aproximará a una de las composiciones eutécticas binarias. Si la temperatura cae por debajo de cualquiera de las temperaturas eutécticas binarias, entonces cristalizará en la mezcla una segunda fase sólida que es pobre en para-xileno. La formación de una segunda fase sólida en general se considera que no es conveniente, de modo que los procedimientos de cristalización típicamente se llevan a cabo a una temperatura mayor que la temperatura eutéctica binaria más alta. Aunque esto limita la recuperación del procedimiento, los procedimientos de separación de para-xileno convencionales que usan cristalización producen un producto de para-xileno sustancialmente puro.

[0006] Por ejemplo, la patente de EE.UU. n° 3.177.265, ilustra un procedimiento de cristalización de enfriamiento indirecto convencional para purificar el para-xileno. En este procedimiento, una corriente de alimentación de compuestos aromáticos C_8 que comprende aproximadamente 20 por ciento de para-xileno siendo el resto de los componentes orto-xileno, meta-xileno y etilbenceno, cristaliza en una serie de etapas de cristalización para formar una suspensión de xilenos mezclados, usando etapas de centrifugación costosas para separar la suspensión en una torta de cristalización y un filtrado líquido. Este procedimiento de purificación de para-xileno produce un producto de para-xileno con una pureza de más de 98%.

[0007] Aunque dichos procedimientos producen un producto de para-xileno con un nivel de pureza de más de 98 por ciento, el uso de centrifugas añade costes significativos al procedimiento de purificación debido a su alto coste de inversión y el alto coste de mantenimiento inherente en las piezas giratorias a alta velocidad. Como resultado, los esfuerzos previos se han centrado en el desarrollo de alternativas a la centrifugación para mejorar la economía de la producción de para-xileno sustancialmente puro.

[0008] El documento US 2003/0127410 describe un aparato de filtración de presión que usa un fluido a alta presión. El aparato de filtración incluye al menos una cámara de filtración, una fuente de suspensión acoplada con la

cámara de filtración y una fuente de fluido a una presión elevada acoplada con la cámara de filtración. La suspensión se introduce en la cámara de filtración, de modo que se distribuye ella misma a través de la cámara, y la presurización de la cámara fuerza los líquidos de la suspensión a través del medio de filtración, dejando los sólidos de la suspensión consolidados en una torta de filtración.

5

[0009] El documento US 2.851.161 describe un procedimiento para la filtración con presión continua de una suspensión, en el que el filtrado se descarga de la suspensión a través de una membrana de filtro mediante un gas inerte para formar una torta de filtración en la membrana de filtro. La contrapresión del gas inerte en el lado del filtrado es controlada para mantener así tasas de filtración máximas.

10

[0010] El documento US 5.707.512 describe un aparato para la separación de líquidos y sólidos de mezclas de líquidos-sólidos en el que el espacio de procesamiento del aparato de filtración se somete a sobrepresión, e incluye un recipiente colector para una mezcla de sólido-líquido, un filtro de presión, un sistema de descarga y un recipiente para el condensado y la materia sólida.

15

[0011] El documento DE 1937286 describe un procedimiento para producir p-xileno puro en el que se usa un fluido inerte para desplazar las aguas madres de una torta de filtración de cristales de p-xileno.

[0012] El documento DE 3.804.915 también describe un procedimiento para purificar p-xileno en el que los cristales de p-xileno se separan de las aguas madre en un filtro y la torta de filtración resultante se purifica pasando un medio inerte a través de la torta de filtración, para así eliminar las aguas madre que se adhieren a los cristales de p-xileno.

[0013] El documento US 2.885.431 describe un procedimiento para purificar cristales separados de una mezcla de múltiples componentes, en el que los cristales se calientan para así fundir una porción sustancial de los cristales. Los cristales calentados se introducen en una zona de purificación de modo que una parte del fundido de cristal se desplaza de la masa cristalina para así separar impurezas ocluidas.

[0014] El documento US 2.780.663 describe un sistema de purificación que comprende un recipiente circular vertical provisto de un tornillo de compresión que disminuye gradualmente el paso hacia el fondo del recipiente, donde se sitúa la salida de cristales. Adyacente a la parte superior de la pared del recipiente está situado un elemento de filtración que permite la descarga de líquido a través de un conducto de salida mientras que previene que se escapen los cristales.

[0015] El documento US 2.780.663 describe un procedimiento para purificar para-xileno en el que los cristales de para-xileno se separan de las aguas madre en una parte superior de una zona de separación y la masa de cristales se transporta a una parte inferior de la zona de separación bajo presión creciente. El para-xileno fundido se introduce en la parte inferior de la zona de separación para separar las aguas madre de la superficie de los cristales y desplazar las aguas madres de espacios entre los cristales.

40

[0016] El documento EPO 175401 describe un procedimiento para la separación de líquido de partículas sólidas de una suspensión presentes en suspensión en una zona de compactado por eliminación del líquido de la suspensión con la formación de un lecho compacto de partículas sólidas que se somete a un movimiento de desplazamiento continuo, lavando el lecho compacto de partículas sólidas en contracorriente con un líquido de lavado que es una disolución saturada con partículas sólidas disueltas en una zona de lavado junto a la zona de compactado y eliminación de las partículas sólidas lavadas.

45

[0017] Dos esfuerzos similares son las patentes de EE.UU. nº 4.734.102 y 4.735.781 (véase también EP 0175401), de Thijssen, que describe un aparato y procedimiento para concentrar una suspensión. El aparato de Thijssen, llamado una columna de lavado hidráulica, se dirige a un cilindro hueco en el que uno o más tubos de un diámetro exterior constante se extienden en una dirección axial dentro de la pared de cada tubo que comprende al menos un filtro que se monta formando la única conexión directa entre el interior del tubo y el interior del cilindro hueco.

50

[0018] El procedimiento de Thijssen separa sólidos de líquidos dirigiendo una suspensión a un primer extremo de la columna de lavado hidráulico y un líquido de lavado a un segundo extremo de la columna de lavado hidráulico en flujo en contracorriente de la suspensión, formando un lecho en el cilindro hueco. Un filtrado (aguas madre) de la suspensión escapa a través de los filtros de los tubos de filtro al interior de los tubos, y se extrae una suspensión concentrada del segundo extremo de la columna de lavado hidráulico. Se introduce un líquido en el segundo

55

extremo para volver a suspender la suspensión concentrada. Este líquido también actúa como el líquido de lavado. Cuando el procedimiento se usa para separar una suspensión derivada de un procedimiento de cristalización por fusión, el líquido de lavado comprende producto cristalino fundido de la suspensión.

- 5 **[0019]** Aunque las patentes de Thijssen enseñan un procedimiento y aparato alternativos para la separación de sólidos-líquidos, el procedimiento de Thijssen no puede separar eficazmente los líquidos de los sólidos a temperaturas muy inferiores al punto de fusión de los cristales en suspensiones derivadas de un procedimiento de cristalización de fundido, porque el líquido de lavado usado durante el procedimiento congela dentro de la columna de lavado hidráulico de Thijssen durante la parte de lavado de la operación. A temperaturas más y más bajas el
- 10 líquido de lavado que se congela llena una parte mayor de la fracción de huecos entre los sólidos requiriendo así presiones cada vez mayores para dirigir el líquido de lavado a la columna. Finalmente, se alcanzará una temperatura suficientemente baja en la que el líquido de lavado que se congela tapona esencialmente el dispositivo produciendo el fallo y la parada inminente del aparato y procedimiento de Thijssen.
- 15 **[0020]** Además, el uso de un líquido de lavado de sólidos fundidos en el procedimiento de Thijssen puede contaminar el filtrado con un líquido que no se puede separar fácilmente del filtrado y da como resultado una pérdida sustancial del producto sólido en el filtrado.

[0021] Por consiguiente, todavía son necesarios procedimientos y aparatos alternativos para la separación de

20 sólidos-líquidos que: (1) separen líquidos de sólidos en suspensiones derivadas, por ejemplo, de un procedimiento de cristalización sin la pérdida innecesaria de sólidos en el filtrado durante el procedimiento de separación; (2) separen directamente los filtrados y/o las tortas de filtración del producto para el posterior procesamiento sin penalizaciones de energía y/o coste significativas; y (3) funcionen de forma cooperativa y en conjunto con operaciones unitarias convencionales.

25 **[0022]** Ahora se ha encontrado que la alimentación de un fluido de desplazamiento, tal como un gas, en lugar de un líquido de lavado, produce un producto relativamente seco y puro, con suficiente contenido de sólidos para que después se pueda procesar con poco o sin coste de refrigeración adicional.

30 **[0023]** También se ha encontrado que la separación de líquidos de sólidos en una columna de filtración, como se describe en el presente documento, a temperaturas muy por debajo del punto de fusión de los cristales en suspensiones derivadas de un procedimiento de cristalización, se puede llevar a cabo de una forma continua sin una pérdida alta de cristales en el líquido filtrado a través de uno o más filtros durante el procedimiento de separación.

35 **[0024]** También se ha encontrado que el paso de una parte sustancial de un fluido de desplazamiento a través de un lecho compacto sólido de cristales a uno o más filtros puede dar como resultado un producto sólido aceptablemente puro.

Resumen de la invención

40 **[0025]** La presente invención proporciona un procedimiento de separación de para-xileno para separar para-xileno de una mezcla de xilenos y/o etilbenceno en una zona de filtración definida por una zona de presión más alta y una zona de presión más baja separadas por un filtro, comprendiendo el procedimiento las etapas de:

45 (a) dirigir una suspensión de alimentación que comprende un líquido y para-xileno cristalizado a una zona de presión más alta, comprendiendo la suspensión de 0,5 a 65% en peso de sólidos;

(b) dirigir un fluido de desplazamiento a una zona de presión más alta en contracorriente respecto a la suspensión de alimentación;

50

(c) formar una fase densa en la zona de presión más alta;

(d) pasar al menos una parte del fluido a través del filtro a la zona de presión más baja; y

55 (e) pasar al menos una parte del líquido a través del filtro a la zona de presión más baja, formando un filtrado;

en el que la zona de presión más alta se mantiene a una temperatura menor que el punto de fusión del para-xileno, y el fluido de desplazamiento está a una temperatura menor que la temperatura de la suspensión de alimentación.

[0026] La presente invención proporciona una separación eficaz de productos de para-xileno cristalizados a partir de una corriente de suspensión de alimentación a temperaturas relativamente bajas sin el riesgo y las penalizaciones que conllevan asociadas con la congelación de un líquido de lavado dentro de la columna de filtración y que produce el fallo completo del procedimiento de separación de sólidos-líquidos.

5

[0027] La presente invención también proporciona la posibilidad de variar la pureza de un producto de para-xileno sólido separado de una suspensión de alimentación variando simplemente el caudal del fluido de desplazamiento o la temperatura del fluido de desplazamiento que se dirige en contracorriente respecto a la suspensión de alimentación.

10

[0028] La presente invención también proporciona una reducción sustancial del gasto de inversión y el mantenimiento rutinario reduciendo el número de piezas que se mueven requeridas por las unidades de procedimientos de separación de sólidos-líquidos, tales como centrífugas de tazón de tamiz y de empuje.

15 **[0029]** La presente invención también proporciona ahorros sustanciales en costes de refrigeración al permitir la separación de sólidos-líquidos de productos de cristalización en condiciones sustancialmente isotérmicas.

[0030] La presente invención también proporciona un ahorro sustancial del coste al reducir la gran cantidad de sólidos perdidos en las corrientes de filtrado, que se encuentran con frecuencia en procedimientos y aparatos de separación de sólidos-líquidos convencionales.

20

Breve descripción de los dibujos

[0031] La figura 1 representa una realización de una columna de filtración y procedimiento de filtración de acuerdo con la presente invención.

25

Las figuras 2a-d representan una realización de un procedimiento de puesta en marcha para una columna de filtración y procedimiento de filtración de acuerdo con la presente invención.

30 Descripción de las realizaciones preferidas

[0032] Con más detalle, las suspensiones de alimentación adecuadas para la presente invención, pueden ser cualquier mezcla de líquidos y sólidos suspendidos. Dichas suspensiones de alimentación pueden ser suspensiones ligeras, suspensiones medias y suspensiones pesadas. Las suspensiones ligeras típicamente son suspensiones que no se prevé que transporten sólidos y típicamente no sedimentan. Las suspensiones ligeras pueden tener un tamaño de sólidos menor de 0,2 mm (aproximadamente 200 micrómetros), una gravedad específica menor de aproximadamente 1,05, y comprenden menos de aproximadamente 5 por ciento en peso de sólidos. Las suspensiones medias pueden ser suspensiones que sedimentan o que no sedimentan. Las suspensiones medias pueden tener un tamaño de sólidos de 0,2 mm (aproximadamente 200 micrómetros) a aproximadamente 6,4 mm, una gravedad específica de aproximadamente 1,05 a aproximadamente 1,15, y comprenden de aproximadamente 5 a aproximadamente 20 por ciento en peso de sólidos. Las suspensiones pesadas típicamente son suspensiones que están diseñadas para transportar material de un sitio a otro y pueden sedimentar o no sedimentar. Las suspensiones pesadas pueden tener un tamaño de sólidos mayor de aproximadamente 6,4 mm, una gravedad específica mayor de aproximadamente 1,15, y comprenden al menos aproximadamente 20 por ciento en peso de sólidos.

45

[0033] La suspensión de alimentación comprende al menos 0,5 por ciento en peso de sólidos. Se prefiere también que la suspensión de alimentación comprenda al menos aproximadamente 10 por ciento en peso de sólidos, y más preferiblemente al menos aproximadamente 15 por ciento en peso de sólidos. La suspensión de alimentación comprende menos de 65 por ciento en peso de sólidos, más preferiblemente menos de aproximadamente 60 por ciento en peso de sólidos, e incluso más preferiblemente menos de aproximadamente 55 por ciento en peso de sólidos. La suspensión de alimentación comprende de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 65 por ciento en peso de sólidos, más preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 60 por ciento en peso de sólidos, y más preferiblemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 55 por ciento en peso de sólidos para los mejores resultados.

50

[0034] En una realización preferida, la suspensión de alimentación es un producto de un procedimiento de cristalización. Dichos productos incluyen productos de la cristalización del para-xileno.

[0035] En una realización preferida, la suspensión de alimentación comprende al menos aproximadamente 5 por

55

ciento en peso de para-xileno cristalizado, más preferiblemente al menos aproximadamente 10 por ciento en peso de para-xileno cristalizado y más preferiblemente al menos aproximadamente 15 por ciento en peso de para-xileno cristalizado. También se prefiere que la suspensión de alimentación comprenda menos de aproximadamente 65 por ciento en peso de para-xileno cristalizado, más preferiblemente menos de aproximadamente 60 por ciento en peso de para-xileno cristalizado e incluso más preferiblemente menos de aproximadamente 55 por ciento en peso de para-xileno cristalizado. También se prefiere que la suspensión de alimentación comprenda de aproximadamente 5 a aproximadamente 65 por ciento en peso de para-xileno cristalizado, más preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 60 por ciento en peso de para-xileno cristalizado y más preferiblemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 65 por ciento en peso de para-xileno cristalizado, para los mejores resultados.

10 **[0036]** Un fluido de desplazamiento adecuado para la presente invención puede ser un gas o líquido capaz de desplazar el líquido de la suspensión de alimentación como se describe en el presente documento. En una realización preferida, el gas es un gas inerte, tal como nitrógeno o dióxido de carbono. En otra realización preferida, el gas es aire. En otra realización preferida más, el gas puede ser hidrógeno. Un fluido de desplazamiento adecuado
15 también puede ser un líquido en el que no son solubles uno o más sólidos de la suspensión de alimentación. En una realización preferida, el fluido de desplazamiento también es insoluble en uno o más líquidos de la suspensión de alimentación, permitiendo la posterior separación relativamente fácil del fluido de desplazamiento del filtrado.

20 **[0037]** El fluido de desplazamiento está a una temperatura menor que la temperatura de la suspensión de alimentación. La temperatura menor del fluido de desplazamiento se puede usar para cristalizar más al menos una parte del líquido o mantener la forma cristalina en la suspensión de alimentación, proporcionando una mayor recuperación de sólidos.

25 **[0038]** La zona de filtración se define por una zona de presión más alta y una zona de presión más baja separadas por un filtro. La zona de presión más alta está a una presión más alta que la zona de presión más baja. Este diferencial de presión se puede medir por cualquier medio adecuado para demostrar un gradiente de presión a través de un filtro en la zona de filtración. Por ejemplo, la presión de la zona de presión más alta se puede determinar midiendo la presión de la suspensión de alimentación dirigida a la zona de presión más alta, y la presión de la zona de presión más baja se puede determinar midiendo la presión de un filtrado extraído de la columna de
30 filtración. Además, los fluidos fluyen de las zonas de presión alta a las zonas de presión baja. Por consiguiente, el flujo de fluido a través del filtro indica un diferencial de presión entre la zona de presión más alta y la zona de presión más baja a través del filtro.

35 **[0039]** En relación con la figura 1, una columna de filtración 10 preferida comprende un cilindro hueco 11 que tiene un extremo cerrado 13 y un extremo abierto 15, y al menos un tubo de filtración 17 que se extiende en una dirección axial dentro del cilindro 11, teniendo al menos un tubo de filtración 17 una parte superior 19 y una parte inferior 21, en el que la parte inferior 21 de al menos un tubo de filtración 17 se extiende a través del extremo cerrado 13 del cilindro hueco 11, teniendo la parte inferior 21 una abertura en un extremo terminal. Al menos un tubo de filtración 17 comprende al menos un filtro 23 unido de forma integral a al menos un tubo de filtración 17 formando una conexión
40 directa para el flujo de fluido entre el interior del tubo de filtración 17 y el interior del cilindro hueco 11. En esta realización preferida, el interior del cilindro hueco que rodea los tubos de filtración 17 define la zona de concentración más alta o zona de presión más alta y el interior del los tubos de filtración 17 define la zona de concentración más baja o zona de presión más baja.

45 **[0040]** La columna de filtración 10 comprende además al menos una cámara 25 a través de la cual está expuesto el extremo abierto 15 del cilindro hueco 11. En el extremo cerrado 13 del cilindro 10, se prefiere que haya al menos una entrada de suspensión de alimentación 27 para dirigir una suspensión de alimentación al cilindro hueco 11. La columna de filtración 10 puede comprender además al menos un tubo de entrada de fluido de desplazamiento 29 para dirigir un fluido de desplazamiento preferiblemente a la cámara 25 y/o al cilindro hueco 11. La columna de
50 filtración 10 también puede comprender al menos un tubo de descarga de producto 33 que tiene una abertura a la cámara 25 para extraer los sólidos concentrados de la cámara 25. La columna de filtración 10 puede comprender además al menos un tubo de lavado por barrido 31 para dirigir la alimentación de lavado por barrido al tubo de descarga de producto 33 para limpiar el tubo de descarga de producto 33 de obstrucciones, tales como sólidos concentrados compactos incrustados en el tubo de descarga de producto 33. La columna de filtración 10 puede
55 comprender además un conjunto de palas rotatorias (no se muestra) para cortar el producto concentrado que sale del cilindro hueco 11 y dirigirlo al tubo de descarga de producto 33.

[0041] Las alimentaciones de lavado por barrido para la presente invención, pueden ser cualquier gas o líquido capaz de limpiar el tubo de descarga de producto de obstrucciones. En una realización preferida, la alimentación del

lavado por barrido puede comprender un gas inerte, incluyendo, pero sin limitar, nitrógeno o dióxido de carbono. En otra realización preferida, la alimentación del lavado por barrido comprende aire o hidrógeno. En otra realización preferida más, la alimentación del lavado por barrido puede comprender al menos una parte del filtrado producido durante el procedimiento de separación de sólidos-líquidos sea de acuerdo con la presente invención o de un dispositivo de separación de sólidos convencional, tal como por ejemplo, una centrífuga. En el caso de separar cristales de para-xileno de una suspensión de xilenos mezclados, la alimentación del lavado por barrido puede comprender para-xileno.

[0042] Durante la práctica del procedimiento de separación de sólidos-líquidos, como se describe en el presente documento, la suspensión de alimentación se inyecta en la columna de filtración a una presión suficiente para separar los sólidos del líquido y transportar los sólidos fuera de la columna de filtración. El fluido de desplazamiento se inyecta en la columna de filtración con una presión de oposición suficiente para facilitar la separación de los sólidos de los líquidos y para que al menos una parte del fluido de desplazamiento pase a través de un filtro al interior de un tubo de filtración. Dentro de la columna de filtración, la presión impartida más alta en general es en la entrada de la suspensión de alimentación, la presión impartida más baja en general es en uno o más filtros de la columna de filtración en el interior de uno o más tubos de filtro, y la presión en el tubo de descarga de producto está en un nivel intermedio. Puesto que los fluidos fluyen en la dirección de la presión alta a la presión baja, esto asegura que el o los fluidos en la columna de filtración se mueven hacia los filtros. Cuando hay partículas sólidas suspendidas en líquido, se mueven en la misma dirección que el líquido cercano. A medida que el fluido pasa a través del filtro, las partículas sólidas que se mueven con el líquido empiezan a depositarse, o bien forman una fase densa o un lecho sólido compacto, alrededor o sustancialmente cerca del filtro dentro del cilindro hueco de la columna de filtración. Para el propósito de la presente invención, una fase densa define una zona de concentración de partículas sólidas dentro del cilindro hueco (o zona de presión más alta o zona de concentración más alta) que tiene una mayor concentración de partículas sólidas que la suspensión de alimentación. La fase densa puede definir un lecho sólido compacto en el que las partículas sólidas están en tal concentración que las partículas sólidas se mueven esencialmente como un cuerpo sólido dentro de la columna de filtración.

[0043] Cuando las partículas sólidas se depositan como un lecho sólido compacto, las partículas sólidas en general se mueven en la misma dirección que el lecho sólido compacto en lugar de la dirección del flujo de fluido hacia los filtros. No obstante, algunas partículas pueden ser transportadas fuera del lecho sólido compacto por el líquido que sale cuando pasa por las aberturas en los filtros. No obstante, el lecho sólido compacto se mueve esencialmente como un cuerpo sólido, aunque su posición en la columna de filtración puede permanecer sustancialmente constante en estado de equilibrio.

[0044] La dirección en la que se mueve el lecho, o si el lecho se mueve en absoluto, en general está determinada por la suma de todas las fuerzas que actúan en el lecho. Una fuerza que es impartida sobre el lecho es desde el líquido en la suspensión de alimentación que fluye a través del lecho hacia los filtros. Una fuerza opuesta es impartida en el lecho por el o los fluidos y el fluido de desplazamiento que fluye a los filtros desde el extremo opuesto de la columna. Para los propósitos de la presente invención, el fluido de desplazamiento proporciona fuerza hidráulica si el fluido de desplazamiento es un líquido o una fuerza neumática si el fluido de desplazamiento es un gas. Por lo tanto, el lecho sólido compacto puede ser empujado por fuerzas desde ambos extremos. El lecho se moverá en la dirección deseada si la fuerza impartida por el líquido en la suspensión de alimentación es mayor que la suma de las fuerzas opuestas. Además, las fuerzas opuestas también pueden incluir fuerzas de rozamiento impartidas sobre el lecho sólido compacto que actúan para impedir el movimiento del lecho sólido compacto y la fuerza de la gravedad.

[0045] En relación de nuevo con la figura 1, en una realización preferida, la suspensión de alimentación se inyecta en el extremo cerrado 13 del cilindro hueco 11 de la columna de filtración 10 por una entrada de suspensión de alimentación 27. La suspensión de alimentación fluye a través del cilindro hueco 11 hacia el extremo abierto 15 del cilindro hueco 11. Se dirige un fluido de desplazamiento a la cámara 25 por la entrada de fluido de desplazamiento 29. El fluido de desplazamiento fluye en contracorriente del flujo de la suspensión de alimentación en el cilindro 11. A medida que la suspensión de alimentación fluye a lo largo de uno o más filtros 23, las aguas madre en la suspensión de alimentación pasan a través de al menos un filtro 23 al interior de uno o más tubos de filtro 17, produciendo un filtrado que sale de la columna de filtración 10 por la parte inferior 21 de al menos un tubo de filtración 17. Al mismo tiempo con las aguas madre, el fluido de desplazamiento pasa a través de al menos un filtro 23 al interior de uno o más tubos de filtro 17 y sale de la columna de filtración 10 por la parte inferior 21 de al menos un tubo de filtración 17.

[0046] El filtrado que sale de la columna de filtración comprende principalmente aguas madre, pero puede

contener pequeñas cantidades de sólidos de la suspensión de alimentación. A la cantidad de sólidos presentes en el filtrado le puede afectar factores que incluyen, pero sin limitar, el tipo de filtro usado en la columna de filtración, el tamaño de las aberturas en el filtro y el tipo de suspensión de alimentación inyectada en la columna de filtración. Sin embargo, se prefiere que el filtrado no comprenda más de aproximadamente 20 por ciento en peso de sólidos, más preferiblemente no más de aproximadamente 10 por ciento en peso de sólidos, incluso más preferiblemente no más de aproximadamente 5 por ciento en peso de sólidos, y lo más preferiblemente no más de aproximadamente 1 por ciento en peso de sólidos, para los mejores resultados. El resto del filtrado son aguas madre. En el caso de separar para-xileno cristalizado de una suspensión de alimentación, el filtrado puede comprender orto-xileno, meta-xileno, etilbenceno y/o para-xileno.

10

[0047] Cuando las aguas madre pasan a través del filtro 23, en general se forma una fase densa dentro del cilindro hueco 11. Preferiblemente, la fase densa comprende un lecho sólido compacto dentro del cilindro hueco 11 de la columna de filtración 10 exterior a uno o más tubos de filtro 17. Una vez que se ha formado el lecho sólido compacto, el lecho sólido compacto se mueve hacia el extremo abierto 15 del cilindro hueco 11 donde preferiblemente se elimina de la columna de filtración por uno o más tubos de descarga de producto 33 como un producto concentrado. En una realización preferida, el lecho sólido compacto puede ser cortado y empujado hacia uno o más tubos de descarga de producto 33, por una o más palas rotatorias (no se muestra) a medida que el lecho sólido compacto sale del extremo abierto 15 del cilindro hueco 11.

15

[0048] El producto concentrado que sale por uno o más tubos de descarga de producto 33 comprende principalmente sólidos de la suspensión de alimentación, pero puede comprender pequeñas cantidades de aguas madre y fluido de desplazamiento. A la cantidad de aguas madre (líquido residual) presente en el producto concentrado le pueden afectar factores que incluyen, pero sin limitar, el tipo y tamaño de los sólidos en la suspensión de alimentación, el tamaño de los poros en el filtro, el caudal de la suspensión de alimentación inyectada en la columna de filtración, y el tipo y caudal del fluido de desplazamiento. Sin embargo, se prefiere que el producto sólido concentrado comprenda menos de aproximadamente 40 por ciento en peso de aguas madre, preferiblemente menos de aproximadamente 35 por ciento en peso de aguas madre, más preferiblemente menos de aproximadamente 30 por ciento en peso de aguas madre, incluso más preferiblemente menos de aproximadamente 25 por ciento en peso de aguas madre, incluso más preferiblemente menos de aproximadamente 20 por ciento en peso de aguas madre, incluso más preferiblemente menos de aproximadamente 15 por ciento en peso de aguas madre, incluso más preferiblemente menos de aproximadamente 10 por ciento en peso de aguas madre, y lo más preferiblemente menos de aproximadamente 5 por ciento en peso de aguas madre, para los mejores resultados.

25

30

[0049] En una realización preferida, la presente invención se dirige a mantener una fase sólida a lo largo del procedimiento de separación de sólidos-líquidos, manteniendo la zona de presión más alta a una temperatura menor que el punto de fusión de al menos un sólido de la suspensión. Para los propósitos de la presente invención, la temperatura de la zona de presión más alta se puede determinar determinando la temperatura del producto concentrado sacado de la columna de filtración o colocando indicadores de temperatura en sitios estratégicos dentro de la zona de presión más alta.

40

[0050] En relación ahora con las figuras 2a-d, en una realización preferida, el arranque del procedimiento de separación de sólidos-líquidos se lleva a cabo preferiblemente de manera que se forme un lecho sólido compacto inicial dentro del cilindro hueco 11 de la columna de filtración 10. En esta realización, como se muestra en la figura 2a, la suspensión de alimentación inicialmente entra en el extremo abierto 13 del cilindro hueco 11 a través de una o más entradas de la suspensión de alimentación y un fluido de desplazamiento inicialmente entra al extremo abierto 15 del cilindro. El fluido de desplazamiento inicialmente entra en el cilindro hueco 11 a una presión suficiente para que al menos una parte del fluido de desplazamiento pase a través de un filtro a la zona de presión más baja. La suspensión de alimentación se mueve hacia el extremo abierto del cilindro hueco 11 cruzando al menos un filtro 23, en el que al menos una parte de las aguas madre de la suspensión pasa a través de al menos un filtro 23, formando un filtrado que sale de la columna de filtración por una parte inferior 21 del tubo de filtración 17 que se extiende a través del extremo cerrado de la columna de filtración. La presión opuesta del fluido de desplazamiento preferiblemente previene que la suspensión de alimentación cruce completamente el filtro 23 en su camino hacia el extremo abierto 15 del cilindro hueco 11. En relación ahora con la figura 2b, a medida que las aguas madre de la suspensión de alimentación pasan a través del filtro 23, los sólidos empiezan a formar una fase densa 35 dentro del cilindro hueco 2. Al aumentar la concentración de sólidos de la fase densa, como se muestra en la figura 2c, preferiblemente empieza a formarse un lecho sólido compacto 37, dentro del cilindro hueco 11. Una vez que se ha formado el lecho sólido compacto 37, la presión impartida por la suspensión de alimentación en general es mayor que la presión ejercida por el fluido de desplazamiento. Como resultado, como se muestra en la figura 2d, el lecho sólido compacto 37 se mueve hacia el extremo abierto 15 del cilindro hueco 11.

45

50

55

5 **[0051]** La presente invención proporciona la separación eficaz de productos cristalizados de una corriente de suspensión de alimentación a temperaturas relativamente bajas sin el riesgo y las penalizaciones que se esperan asociadas con la congelación del líquido de lavado dentro de la columna de filtración y que produce el fallo completo del procedimiento de separación de sólidos-líquidos.

10 **[0052]** La presente invención también proporciona una reducción sustancial del gasto de inversión y el mantenimiento rutinario reduciendo el número de piezas que se mueven requeridas por las unidades de procedimientos de separación de sólidos-líquidos, tales como centrifugas de tazón de tamiz y de empuje. La columna de filtración, de acuerdo con la presente invención, puede comprender pocas o no comprender piezas móviles, reduciendo sustancialmente los costes de mantenimiento rutinario asociados con unidades de separación de sólidos-líquidos convencionales.

15 **[0053]** La presente invención también proporciona ahorros sustanciales en costes de refrigeración al permitir la separación de sólidos-líquidos de productos de cristalización en condiciones sustancialmente isotérmicas. Los procedimientos de sólidos-líquidos actuales, tales como las centrifugas de tazón de tamiz, añaden cantidades considerables de energía a la corriente del procedimiento, elevando de esta forma la temperatura de las corrientes efluentes. En el procedimiento de cristalización del para-xileno, por ejemplo, esta energía añadida al procedimiento requiere mayores costes de refrigeración.

20 **[0054]** La presente invención también proporciona un ahorro sustancial del coste al reducir la cantidad de sólidos perdidos en las corrientes de filtrado que se encuentra con frecuencia en procedimientos y aparatos de separación de sólidos-líquidos convencionales.

25 **[0055]** La presente invención también proporciona la capacidad de variar la pureza de un producto sólido separado de una suspensión de alimentación, simplemente variando el caudal del fluido de desplazamiento que se dirige en contracorriente con respecto a la suspensión de alimentación.

30 **[0056]** Aunque la presente invención se ha descrito en particular y con detalle, el siguiente ejemplo proporciona una mayor ilustración de la invención, y se entiende que no limita el alcance de la invención.

EJEMPLO ILUSTRATIVO

35 **[0057]** El ejemplo ilustrativo 1 ilustra un procedimiento para la purificación del para-xileno sustancialmente de acuerdo con la presente invención y la figura 1. El ejemplo ilustrativo abarca un experimento de 8 horas en el que se midieron o calcularon los siguientes parámetros a partir de las variables medidas: (1) el porcentaje en peso de para-xileno en la suspensión de alimentación; (2) el contenido de sólido-líquido en la suspensión de alimentación; (3) la temperatura de la suspensión de alimentación; (4) el porcentaje en peso de para-xileno en el filtrado; (5) el contenido de sólido-líquido en el filtrado; (6) la temperatura del filtrado; (7) el porcentaje en peso de para-xileno en la torta de filtración (producto concentrado); (8) el contenido de sólido-líquido en la torta de filtración; y (9) la temperatura de la torta de filtración.

45 **[0058]** La suspensión de alimentación comprendía xilenos mezclados de un cristalizador a baja temperatura comercial. La presión de la suspensión de alimentación que entraba en la columna de filtración era 1448 kPa (210 psia) al final del experimento. La velocidad de alimentación de la suspensión de alimentación se mantuvo constante a lo largo del experimento a 317,5 kg/h (700 lb/h). La temperatura de la alimentación era aproximadamente -62,8 °C (-81 °F).

50 **[0059]** El fluido de desplazamiento era nitrógeno gaseoso. La velocidad de alimentación del nitrógeno era 0,816 kg/h (1,8 lb/h). La temperatura del nitrógeno variaba a lo largo del experimento, pero el promedio era aproximadamente -17,8 °C (0 °F). La presión del nitrógeno que entraba en la columna de filtración era 448 kPa (65 psia) al final del experimento.

55 **[0060]** La columna de filtración tenía una longitud de 63,5 cm (25 pulgadas) y el cilindro hueco (zona de presión más alta) tenía un diámetro interior de 7,80 cm (3,07 pulgadas). La columna de filtración contenía un tubo de filtración con un diámetro exterior de 2,54 cm (1,00 pulgadas). El tubo de filtración comprendía un tamiz de filtro fabricado con una lámina perforada de acero inoxidable 316 que medía 15,24 cm (6 pulgadas) de longitud. El filtro se colocó a 17,78 cm (7 pulgadas), medido desde la parte superior del filtro a la parte superior del tubo de filtración. El filtro comprendía aberturas de 0,229 mm (9 mil) de diámetro en una orientación alternada con una distancia de

centro a centro de 0,038 cm (1,015 pulgadas). El área abierta total del filtro era 31 por ciento. La presión del interior de los tubos de filtro a lo largo del experimento era en promedio 101 kPa (14,7 psia).

[0061] Durante el experimento de 8 horas, se retiraron 5 muestras, que dieron los siguientes resultados en la tabla:

5

Tabla

Muestra	1	2	3	4	5
Horas desde el inicio	1,0	3,5	5,0	6,5	8,0
Alimentación: Contenido de pX % en peso	23,6	23,9	23,1	23,1	22,9
Alimentación: Contenido de sólido-líquido	16,0 % en p de sólidos; 84,0 % en p de líquidos;	16,5 % en p de sólidos; 83,5 % en p de líquidos;	15,6 % en p de sólidos; 84,4 % en p de líquidos;	15,6 % en p de sólidos; 84,4 % en p de líquidos;	15,4 % en p de sólidos; 84,6 % en p de líquidos;
Alimentación: Temperatura	-62,4 °C (-80,4 °F)	-62,8 °C (-81,1 °F)	-63,1 °C (-81,5 °F)	-63 °C (-81,4 °F)	-62,9 °C (-81,3 °F)
Filtrado: Contenido de pX % en peso	10,2	9,6	10,2	9,6	9,4
Filtrado: Contenido de sólido-líquido	1,2 % en p de sólidos; 98,8 % en p de líquidos;	0,7 % en p de sólidos; 99,3 % en p de líquidos;	0,6 % en p de sólidos; 99,4 % en p de líquidos;	0,5 % en p de sólidos; 99,5 % en p de líquidos;	0,5 % en p de sólidos; 99,5 % en p de líquidos;
Filtrado: Temperatura	-61,6 °C (-78,8 °F)	-61,8 °C (-79,2 °F)	-62,2 °C (-79,9 °F)	-62 °C (-79,6 °F)	-61,8 °C (-79,3 °F)
Torta de filtración: contenido de pX % en peso	82,2	83,1	84,1	83,3	83,9
Torta de filtración: Contenido de sólido-líquido	80,4 % en p de sólidos; 19,6 % en p de líquidos;	81,4 % en p de sólidos; 18,6 % en p de líquidos;	82,6 % en p de sólidos; 17,4 % en p de líquidos;	81,7 % en p de sólidos; 18,3 % en p de líquidos;	83,9 % en p de sólidos; 17,7 % en p de líquidos;
Torta de filtración: Temperatura	-61,3 °C (-78,3 °F)	-61,2 °C (-78,2 °F)	-61,3 °C (-78,4 °F)	-61,3 °C (-78,3 °F)	-61,3 °C (-78,3 °F)

Resumen del ejemplo ilustrativo

10

[0062] La tabla muestra que están presentes muy pocos sólidos en el filtrado durante el procedimiento de separación. La cantidad de para-xileno presente en el filtrado derivaba principalmente del para-xileno líquido presente en la suspensión de alimentación con una parte pequeña derivada de sólidos que escapaban a través del filtro. Además, la torta de filtración de para-xileno tenía un contenido de sólidos suficiente a una temperatura sustancialmente cercana a la temperatura de la suspensión de alimentación que se iba a procesar, proporcionando ahorro sustancial en los costes de refrigeración.

15

[0063] Se cree que un líquido de lavado de para-xileno no sería un fluido de desplazamiento adecuado para la purificación del para-xileno en las condiciones del procedimiento usadas en el ejemplo ilustrativo. Más en particular, se cree que el uso de un líquido de lavado de para-xileno congelaría dentro de la columna de filtración obstruyendo las aberturas del filtro. Esto se debe principalmente a la baja temperatura de funcionamiento del procedimiento de purificación del ejemplo ilustrativo, que está muy por debajo del punto de fusión del para-xileno. Se cree que se produciría un rápido aumento del filtro obstruido dentro del cilindro hueco del filtro, promoviendo la parada del procedimiento antes del punto del daño de la columna de filtración por la presión excesiva.

25

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de separación de para-xileno para separar para-xileno de una mezcla de xilenos y/o etilbenceno en una zona de filtración definida por una zona de presión más alta y una zona de presión más baja separadas por un filtro, comprendiendo el procedimiento las etapas de:
- (a) dirigir una suspensión de alimentación que comprende un líquido y para-xileno cristalizado a una zona de presión más alta, comprendiendo la suspensión de 0,5 a 65% en peso de sólidos;
- 10 (b) dirigir un fluido de desplazamiento a una zona de presión más alta en contracorriente respecto a la suspensión de alimentación;
- (c) formar una fase densa en la zona de presión más alta;
- 15 (d) pasar al menos una parte del fluido a través del filtro a la zona de presión más baja; y
- (e) pasar al menos una parte del líquido a través del filtro a la zona de presión más baja, formando un filtrado;
- en el que la zona de presión más alta se mantiene a una temperatura menor que el punto de fusión del para-xileno, y
- 20 el fluido de desplazamiento está a una temperatura menor que la temperatura de la suspensión de alimentación.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que una parte sustancial del fluido de desplazamiento pasa a través del filtro a la zona de presión más baja.
- 25 3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que al menos una parte del fluido de desplazamiento pasa a través de al menos una parte de la fase densa al filtro.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el fluido de desplazamiento es insoluble con los sólidos en la suspensión de alimentación.
- 30 5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el fluido de desplazamiento es sustancialmente insoluble en el filtrado.
6. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el fluido de desplazamiento imparte una presión
- 35 hidráulica o presión neumática.
7. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el fluido de desplazamiento es un gas.
8. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la suspensión de alimentación comprende un
- 40 producto de un procedimiento de cristalización.
9. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el filtrado comprende para-xileno y al menos uno de orto-xileno o meta-xileno.
- 45 10. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el fluido de desplazamiento está a una temperatura menor que el punto de fusión del para-xileno, y la fase densa comprende al menos una parte del para-xileno cristalizado en la zona de presión más alta; y que además comprende la etapa de:
- (f) recuperar al menos una parte del para-xileno cristalizado de la zona de presión más alta.
- 50 11. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que la suspensión de alimentación se dirige a la zona de presión más alta a una temperatura menor que -45,6 °C (-50 °F).
12. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que la suspensión de alimentación se dirige a la zona
- 55 de presión más alta a una temperatura menor que -59,4 °C (-75 °F).
13. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que el para-xileno cristalizado recuperado está a una temperatura menor que -31,7 °C (-25 °F).

14. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que el para-xileno cristalizado recuperado está a una temperatura menor que $-45,6\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-50\text{ }^{\circ}\text{F}$).
15. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que el para-xileno cristalizado recuperado está a una temperatura menor que $-59,4\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-75\text{ }^{\circ}\text{F}$).
16. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende:
- (i) proporcionar una columna de filtración que comprende un cilindro hueco y al menos un tubo de filtración que se extiende en una dirección axial dentro del cilindro hueco, en el que al menos un tubo comprende un filtro unido de forma integral, formando el filtro una conexión directa entre un interior del tubo y un interior del cilindro hueco;
- (ii) dirigir la suspensión de alimentación al cilindro hueco; y
- 15 (iii) dirigir el fluido de desplazamiento al cilindro hueco.
17. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que el fluido de desplazamiento es un gas.
18. El procedimiento de la reivindicación 16, que además comprende la etapa de pasar una parte sustancial del fluido de desplazamiento a través de un filtro.
19. El procedimiento de la reivindicación 17, que además comprende la etapa de pasar una parte sustancial del gas a través de un filtro.
- 25 20. El procedimiento de la reivindicación 16 o reivindicación 17 cuando depende de la reivindicación 1, que además comprende la etapa de formar una fase densa en el cilindro hueco.
21. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la zona de presión más alta está a una presión mayor que la presión atmosférica; la presión del fluido de desplazamiento está a una presión suficiente para que pase al menos una parte del fluido de desplazamiento a través del filtro a la zona de presión más baja; y en el que la presión del fluido de desplazamiento es menor que la presión de la suspensión de alimentación después de la formación de la fase densa.
- 30
22. El procedimiento de la reivindicación 21, en el que el fluido de desplazamiento es un gas.
- 35
23. El procedimiento de la reivindicación 10, 20 ó 22, en el que la fase densa comprende un lecho sólido compacto.
24. El procedimiento de la reivindicación 23 cuando depende de la reivindicación 20, en el que al menos una parte del gas pasa a través de al menos una parte del lecho sólido compacto al filtro.
- 40

