

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 626 427**

51 Int. Cl.:

C07C 7/14

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.07.2009 PCT/US2009/050821**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.02.2010 WO10019342**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.07.2009 E 09790525 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.03.2017 EP 2328853**

54 Título: **Proceso para la producción de un producto cristalizado**

30 Prioridad:

14.08.2008 US 191745

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

25.07.2017

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. y
JANULIS, ROSE M.**

74 Agente/Representante:

SALVA FERRER, Joan

ES 2 626 427 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

Proceso para la producción de un producto cristalizado

5 **ANTECEDENTES DE LA INVENCION****Campo de la divulgación**

[0001] La divulgación se refiere generalmente a procesos para separar sólidos de una suspensión de sólido-líquido, por ejemplo en procesos de separación y purificación por cristalización por fusión. Más específicamente, la divulgación se refiere a procesos de separación o purificación que, bajo ciertas condiciones operativas, impiden ventajosamente el acceso de oxígeno molecular a los procesos. Los procesos son, por lo tanto, más eficaces y al menos tan seguros como procesos convencionales para separar sólidos de una suspensión de sólido-líquido.

15 **Breve descripción de la tecnología relacionada**

[0002] Los procedimientos de separación de sólido-líquido son importantes en una variedad de industrias incluyendo, pero sin limitación, la industria química, la industria farmacéutica y la industria de tratamiento de aguas y desechos. Tales procedimientos de separación de sólido-líquido varían y pueden incluir, pero sin limitación, filtración a vacío o a presión, centrifugación, sedimentación y clarificación. En muchos procesos químicos, estos procedimientos de separación de sólido-líquido a menudo desempeñan un papel crítico en la fabricación de intermedios químicos particulares. Por ejemplo, el para-xileno (p-xileno o pX) es un intermedio químico que, cuando se purifica, es útil para elaborar ácido tereftálico. La purificación de para-xileno mediante cristalización ha requerido históricamente de centrifugación para conseguir niveles de pureza de para-xileno de aproximadamente un 99,7 %.

[0003] Un proceso de purificación de para-xileno es típicamente parte de un proceso mucho mayor de fabricación de para-xileno a partir de una alimentación de hidrocarburo que contiene hidrocarburos aromáticos C₈ mixtos. En ese proceso mayor, se deshidrata típicamente una alimentación hidratada en una torre de destilación. Cualquier oxígeno presente en la alimentación de destilación sale típicamente de la torre con el vapor de agua de cabeza. Una alimentación seca, por supuesto, no necesita experimentar esta etapa de deshidratación. Después de la deshidratación de la alimentación (si la hubiera), se purifican los hidrocarburos aromáticos C₈ secos en un proceso que emplea diversas operaciones unitarias. La corriente pobre en para-xileno producida por ese proceso de purificación contiene orto-xileno (o-xileno u oX), meta-xileno (m-xileno o mX), etilbenceno y otros componentes. Esa corriente pobre en para-xileno típicamente se vaporiza y se hace reaccionar en presencia de un catalizador e hidrógeno (en un reactor de isomerización), obteniendo una mezcla equilibrada de isómeros de xileno (concretamente, oX:mX:pX en una relación en peso de 1:2:1) que se envía entonces a una sección de fraccionamiento donde se separan los hidrocarburos aromáticos C₈ y se envían al proceso de purificación para obtener para-xileno purificado.

[0004] Se ha encontrado que la introducción de oxígeno en el proceso afecta nocivamente a la parte de isomerización del proceso. Por ejemplo, la presencia de oxígeno en la alimentación al reactor de isomerización conduce al ensuciamiento del reactor así como de los intercambiadores de calor anteriores. Esto da como resultado una longitud de ciclo reducida. Al final del ciclo, el proceso debe pararse para regenerar el catalizador y descoquizar los intercambiadores de calor. La presencia de oxígeno puede ser intranscendente en otros procesos que podrían usar separadores de sólido-líquido. En el proceso para la fabricación de para-xileno a partir de una alimentación de hidrocarburo aromático C₈ mixto, sin embargo, se ha encontrado que la ausencia o minimización de oxígeno es importante para una operación eficaz del proceso.

[0005] La purificación de para-xileno empieza típicamente con una alimentación predominantemente de hidrocarburo aromático C₈ que incluye típicamente una mezcla de isómeros de orto-, meta- y para-xileno, etilbenceno, algunos hidrocarburos no aromáticos y algunos hidrocarburos aromáticos C₉₊. Las mezclas típicas de hidrocarburos aromáticos C₈ contienen generalmente aproximadamente un 22 % en peso de para-xileno, aproximadamente un 21 % en peso de orto-xileno, aproximadamente un 47 % en peso de meta-xileno y aproximadamente un 10 % en peso de otros constituyentes (en su mayoría etilbenceno). Los procesos para separar estos isómeros de xileno incluyen cristalización a baja temperatura, destilación fraccionada y adsorción.

[0006] Aunque las técnicas de separación comunes de destilación (basadas en los puntos de ebullición diferenciales de los componentes de la mezcla) y adsorción (basadas en las diferentes afinidades de los componentes de mezcla por un adsorbente sólido) son a menudo adecuadas para mezclas genéricas de líquido-

líquido, la cristalización no requiere adsorbente, es más tolerante de las diversas composiciones de la carga de alimentación y típicamente no requiere un pretratamiento costoso de la carga de alimentación. En la separación de para-xileno a partir de una alimentación de hidrocarburo aromático C_8 , por ejemplo, a menudo se prefiere la cristalización frente a la adsorción y la destilación porque la cristalización no requiere un adsorbente costoso (como en procesos de adsorción) y porque los isómeros de xileno y el etilbenceno tienen puntos de ebullición indeseablemente similares (haciendo difícil la destilación), pero puntos de fusión drásticamente diferentes. El para-xileno puro se congela a 56 °F (13 °C), el meta-xileno puro se congela a -54 °F (-48 °C), el orto-xileno puro se congela a -13 °F (25 °C) y el etilbenceno puro se congela a -139 °F (-95 °C). Debido que el para-xileno está presente en estas corrientes de alimentación mixtas a bajas concentraciones, se requieren generalmente temperaturas muy bajas para recuperar eficazmente el para-xileno a partir de estas corrientes de alimentación por cristalización.

[0007] Como en cualquier proceso químico, los costes de capital y operativos impulsarán las decisiones sobre cuáles operaciones unitarias específicas emplear para obtener productos y subproductos satisfactorios. Estas decisiones, por supuesto, pueden complicarse y limitarse por las propiedades físicas de los productos y subproductos. Además, estas decisiones pueden complicarse cuando, por ejemplo, el proceso necesita diseñarse y funcionar para evitar la introducción (o fabricación) de contaminantes. Las consideraciones importantes para la recuperación y purificación de para-xileno mediante cristalización incluyen, por ejemplo, los costes operativos asociados a la obtención de refrigeración a baja temperatura y los costes de capital asociados a las unidades de separación de sólido-líquido. Además, y como se explica con más detalle en la presente memoria, el oxígeno se considera un contaminante en los procesos de fabricación de para-xileno en la medida en que el oxígeno confiere ineficacias a los procesos. El oxígeno puede considerarse también como un contaminante en otros procesos de fabricación que empleen procesos de separación y purificación de sólido-líquido.

[0008] En consecuencia, se desean procesos de separación y purificación de sólido-líquido eficaces que retiren también el oxígeno de las operaciones unitarias responsables de la separación y purificación. Además, se desean procesos de separación y purificación de sólido-líquido eficaces que minimicen también o eviten totalmente la introducción de oxígeno en las operaciones unitarias responsables de la separación y purificación. En el contexto particular de la fabricación de para-xileno, se desean procesos eficaces para la recuperación y purificación de para-xileno que retiren también el oxígeno de las operaciones unitarias responsables de la recuperación y purificación de para-xileno. Además, se desean procesos eficaces para recuperar y purificar para-xileno que minimicen también o eviten completamente la introducción de oxígeno en las operaciones unitarias responsables de la recuperación y purificación de para-xileno.

[0009] El documento US 2005/0056599 divulga un proceso para separar sólidos de líquidos en una zona de filtración definida por una zona de mayor concentración y una zona de menor concentración separadas por un filtro.

[0010] El documento US 2007/0225539 divulga un aparato de columna de filtro que comprende una zona de filtración y una zona de resuspensión así como un proceso para separar al menos una porción de al menos un componente sustancialmente sólido de una corriente de sólido-líquido que comprende el componente sustancialmente sólido y al menos un componente sustancialmente líquido.

RESUMEN DE LA INVENCION

[0011] Como se indica anteriormente, se ha encontrado que la ausencia o minimización de oxígeno es importante para una operación eficaz de un proceso de fabricación de para-xileno.

[0012] Las unidades de separación (p.ej. centrífugas) se usaban (y se usan) comúnmente para separar para-xileno de otros compuestos aromáticos C_8 . Sin embargo, incluso emplear centrífugas puede seguir conduciendo al acceso de oxígeno. Las centrífugas de tamiz, por ejemplo, funcionan bajo una ligera presión positiva. A pesar de esa condición, la operación de la centrífuga para purificar xilenos, por ejemplo, aplicará un vacío sobre el sello entre la tubería que alimenta la centrífuga y el ensamblaje rotativo de la centrífuga. La presencia de fugas en el sello causará que entre aire (y el oxígeno del mismo) en la centrífuga.

[0013] Se ha encontrado ahora que el uso de un proceso de purificación (o separación) de acuerdo con la invención limita el acceso de oxígeno molecular a diversas corrientes de proceso tales como, por ejemplo, aquellas corrientes que alimentan los reactores de isomerización posteriores en un proceso de fabricación de para-xileno. Por consiguiente, se ha encontrado también que pueden usarse ciertas etapas de separación (que utilizan columnas de filtro, por ejemplo) de acuerdo con la invención en procesos de fabricación de para-xileno sin comprometer la seguridad y eficacias que proporcionan actualmente esos procesos. La reducción del oxígeno molecular proporciona

una variedad de beneficios no disponible hasta ahora para el proceso de fabricación de para-xileno. Por ejemplo, la reducción mejorará la operación del equipo posterior a las unidades de separación, tales como el reactor de isomerización y cualquier equipo de intercambio de calor dispuesto entre las unidades de separación y el reactor de isomerización. La reducción causará una disminución concomitante de los casos de ensuciamiento y obstrucción del reactor y de coquización del catalizador en el reactor. La reducción dará también como resultado una regeneración del catalizador menos frecuente y un tiempo de inactividad del reactor menor. Además, la reducción evitará probablemente los casos de ensuciamiento y obstrucción de cualquier intercambiador de calor dispuesto entre las unidades de separación y el reactor de isomerización. Estos beneficios se manifestarán en eficacias de costes y rendimientos del proceso de para-xileno mejorados.

10

[0014] La divulgación se refiere generalmente a un proceso que incluye separar para-xileno y oxígeno molecular a partir de una suspensión que contiene los mismos y otros isómeros de xileno en condiciones que impidan el acceso de oxígeno molecular al proceso. El para-xileno y el oxígeno molecular se separan preferiblemente de la suspensión en una columna de filtro, en condiciones que impidan el acceso de oxígeno molecular al proceso, para producir una torta de filtro que contiene para-xileno y para producir un filtrado que contiene un componente de producto líquido, incluyendo el componente de producto líquido un producto pobre en para-xileno.

15

[0015] En otra realización, el proceso es un proceso de separación que incluye purificar para-xileno a partir de una suspensión que contiene el mismo y otros isómeros de xileno en condiciones que impidan el acceso de oxígeno molecular al proceso de separación, produciendo un producto pobre en para-xileno, e isomerizar el producto pobre en para-xileno de la separación. El para-xileno se purifica preferiblemente a partir de la suspensión en una columna de filtro, en condiciones que impidan el acceso de oxígeno molecular al proceso de separación, produciendo una torta de filtro que contiene para-xileno y un filtrado que contiene un componente de producto líquido, incluyendo el componente de producto líquido el producto pobre en para-xileno.

25

[0016] Se ha encontrado que una columna de filtro que funcione bajo las condiciones especificadas en la presente memoria minimizará el contenido de oxígeno molecular del filtrado lo que, a su vez, ayudará a impedir la coquización de catalizador y el ensuciamiento y obstrucción de la unidad de isomerización indeseables. Por ejemplo, y como se describe con más detalle a continuación, una columna de filtro que funcione al menos a presión ambiental, y preferiblemente a presiones superiores a la presión ambiental (p.ej., aproximadamente 2 libras por pulgada cuadrada (psig) a aproximadamente 30 psig), minimizará el contenido de oxígeno molecular del filtrado. En una operación altamente preferible, la columna de filtro funciona a una presión elevada de al menos aproximadamente 0,5 libras por pulgada cuadrada (psi) superior a la presión ambiental (concretamente, al menos aproximadamente 0,5 psig), aún más preferiblemente al menos aproximadamente 1,5 psi superior a la presión ambiental, todavía más preferiblemente al menos aproximadamente 3 psi superior a la presión ambiental, aún más preferiblemente al menos aproximadamente 5 psi superior a la presión ambiental, todavía más preferiblemente al menos aproximadamente 10 psi superior a la presión ambiental y más preferiblemente además al menos aproximadamente 15 psi superior a la presión ambiental. Un intervalo de presión altamente preferido para operación de la columna de filtro es de aproximadamente 1,5 psi a aproximadamente 3 psi superior a la presión ambiental (concretamente, de aproximadamente 1,5 psig a aproximadamente 3 psig). Aunque que una presión superior a la presión ambiental es una condición necesaria para asegurar un acceso mínimo o nulo de oxígeno molecular, una presión demasiado superior a la presión ambiental impulsará innecesariamente los gastos operativos del proceso a un nivel en que pueden perderse los beneficios económicos del proceso. Además, el recipiente usado para efectuar la separación tendrá una calificación de presión no superable que fija eficazmente el límite superior de la presión operativa a la que, en la mayoría de casos, no se acercará aunque sea no obstante adecuado. En consecuencia, debería mantenerse una observación estrecha de la presión para disfrutar de los muchos beneficios posibilitados por los hallazgos presentados en la presente memoria.

45

[0017] Para evitar además los efectos dañinos del oxígeno molecular sobre un proceso de fabricación de para-xileno, las corrientes de alimentación a las unidades de separación (p.ej., columna de filtro) deberían estar sustancialmente exentas de oxígeno molecular. Como se usa en la presente memoria, una corriente está sustancialmente exenta de oxígeno molecular si no contiene una cantidad de oxígeno molecular (p.ej., O₂ disuelto en una corriente líquida, O₂ gaseoso en una corriente gaseosa) que, si se transfiere al filtrado (específicamente al componente secundario líquido del filtrado) afectaría adversamente al desempeño de una operación unitaria posterior (p.ej., unidad de isomerización o intercambiador de calor dispuesto entre las unidades de isomerización y separación). Por ejemplo, cada una de las corrientes de alimentación de columna de filtro contiene preferiblemente aproximadamente 5 partes por millón (ppm) en peso o menos (más preferiblemente aproximadamente 2 ppm o menos, y aún más preferiblemente aproximadamente 1 ppm o menos) de oxígeno molecular, basado en el peso total

55

de la corriente, y una corriente individual puede estar simplemente exenta de oxígeno molecular. Por consiguiente, la concentración de oxígeno molecular del componente secundario líquido del filtrado de columna de filtro es menor que la de la alimentación, y es preferiblemente de aproximadamente 2 ppm en peso o menos (más preferiblemente de aproximadamente 0,7 ppm en peso o menos, y aún más preferiblemente de aproximadamente 0,4 ppm en peso o menos), basada en el peso total del filtrado de columna de filtro.

[0018] El uso de columnas de filtro de acuerdo con las condiciones de procesamiento expuestas en la presente memoria mejora además las eficacias de proceso relacionadas tanto con los costes de recuperación del componente de producto como operativos. Por ejemplo, en un proceso de cristalización/resuspensión que usa columnas de filtro para purificar y recuperar para-xileno, puede aumentarse el rendimiento reduciendo simultáneamente los costes operativos relacionados con el trabajo de refrigeración de la cristalización y el reciclado de isomerización.

[0019] Se divulgan también en la presente memoria realizaciones adicionales del proceso. Por ejemplo, en una de dichas realizaciones, un proceso para purificar un producto sólido a partir de una alimentación de suspensión incluye alimentar una suspensión y un fluido de desplazamiento a una columna de filtro. La suspensión incluye sólidos de componente de producto y un componente secundario líquido, y tanto la suspensión como el fluido de desplazamiento están sustancialmente exentos de oxígeno molecular. La columna de filtro separa al menos parcialmente los sólidos de componente de producto y el componente secundario líquido de la suspensión, formando un filtrado (que incluye el componente secundario líquido y al menos una porción del fluido de desplazamiento) y una torta de filtro (que incluye los sólidos de componente de producto), de tal modo que la concentración de oxígeno molecular del filtrado sea menor o igual a la concentración de oxígeno molecular de la suspensión. Preferiblemente, la concentración de oxígeno molecular del filtrado es de aproximadamente 2 ppm en peso o menos, más preferiblemente 0,7 ppm en peso o menos, y aún más preferiblemente de aproximadamente 0,4 ppm en peso o menos. Preferiblemente, el fluido de desplazamiento está sustancialmente exento de oxígeno molecular e incluye un gas y/o un líquido, siendo ambos no reactivos con los cristales de componente de producto, por ejemplo incluyendo nitrógeno (el más preferido), dióxido de carbono, hidrógeno, metano, etano, gas natural, helio, xenón, argón, neón y combinaciones de los mismos. Las etapas de proceso opcionales incluyen alimentar un fluido de aclarado a la columna de filtro (en que el fluido de aclarado está también sustancialmente exento de oxígeno molecular) y/o convertir al menos una porción del componente secundario líquido del filtrado en el componente de producto en fase líquida en un reactor químico posterior.

[0020] En otra realización, un proceso para cristalizar un producto incluye una primera cristalización de una corriente de alimentación líquida que incluye un componente secundario líquido y un componente de producto líquido que tiene un punto de fusión mayor que el del componente secundario líquido. La corriente de alimentación líquida cristaliza en un cristizador que funciona a una temperatura suficiente para cristalizar al menos una porción del componente de producto líquido, formando un efluente de suspensión que incluye cristales de componente de producto y el componente secundario líquido. Los cristales de componente de producto y el componente secundario líquido del efluente de suspensión se separan entonces al menos parcialmente en una columna de filtro, formando un filtrado que incluye el componente secundario líquido y una torta de filtro que incluye los cristales del componente de producto. Se convierte entonces al menos una porción del componente secundario líquido en el filtrado en el componente de producto líquido.

[0021] En todavía otra realización, un proceso para resuspender un producto al menos parcialmente cristalizado incluye un proceso de paso de resuspensión que incluye separar al menos parcialmente (preferiblemente en una columna de filtro) los cristales de componente de producto presentes en un componente de producto líquido y un componente secundario líquido, estando los componentes de producto líquido y secundario líquido presentes en una alimentación de suspensión, en el que los cristales de componente de producto tienen un punto de fusión mayor que el del componente secundario líquido, formando un filtrado (que incluye el componente secundario líquido) y una corriente de producto enriquecida (que incluye los cristales de componente de producto). Tanto la corriente de producto enriquecida como el diluyente de resuspensión (que incluye el componente de producto líquido y el componente secundario líquido) se alimentan a (se combinan en) un tambor de resuspensión que contiene cristales de componente de producto. Los cristales de componente de producto se equilibran entonces con el producto líquido y los componentes secundarios líquidos en el tambor de resuspensión durante un tiempo suficiente para formar un efluente de resuspensión que incluye tanto los cristales del componente de producto como el componente secundario líquido.

[0022] En otra realización, un proceso para la producción de un producto cristalizado incluye efectuar dos o más procesos de paso de cristalización en serie, en el que cada proceso de paso de cristalización incluye cristalizar

en primer lugar una corriente de alimentación líquida que contiene un componente secundario líquido y un componente de producto líquido que tiene un punto de fusión mayor que el del componente secundario líquido. La corriente de alimentación líquida cristaliza en un cristizador que funciona a una temperatura suficiente para cristalizar al menos una porción del componente de producto líquido, formando un efluente de suspensión que incluye los cristales de componente de producto y el componente secundario líquido. Los cristales de componente de producto y el componente secundario líquido del efluente de suspensión se separan entonces al menos parcialmente en una columna de filtro, columna de lavado o centrífuga (aunque se usa al menos una columna de filtro), formando un filtrado que incluye el componente de producto líquido y el componente secundario líquido, y una corriente de producto enriquecida que incluye los cristales de componente de producto. La corriente de alimentación líquida para cada paso de cristalización distinto del primer paso de cristalización incluye el filtrado del paso de cristalización precedente anterior.

[0023] En todavía otra realización, un proceso para recuperar un producto sólido a partir de un filtrado de centrífuga incluye en primer lugar separar al menos parcialmente una corriente de alimentación de suspensión que incluye un líquido y sólidos dispersados en una centrífuga, formando al menos un filtrado rico en sólidos y una torta de centrífuga. El filtrado rico en sólidos contiene el líquido y los sólidos dispersados, en el que la concentración en peso de los sólidos dispersados en el filtrado rico en sólidos es de aproximadamente 5 % en peso a aproximadamente 50 % en peso, basada en el peso total del filtrado rico en sólidos, y la torta de centrífuga contiene el líquido y los sólidos dispersados, en la que la concentración en peso de los sólidos dispersados en la torta de centrífuga es de más de 50 % peso, basada en el peso total de la torta de centrífuga. Los sólidos dispersados y el líquido en el filtrado rico en sólidos se separan entonces al menos parcialmente en una columna de filtro, formando un filtrado de columna de filtro que incluye el líquido y una torta de columna de filtro que incluye los sólidos dispersados, en los que la torta de columna de filtro tiene una concentración en peso de los sólidos dispersados mayor que la del filtrado de columna de filtro.

[0024] Puede usarse cualquiera de las realizaciones anteriormente descritas para separar y purificar para-xileno (que puede cristalizarse en forma sólida) a partir de una mezcla de hidrocarburos aromáticos C₈ que incluye orto-xileno, meta-xileno y/o etilbenceno. Como resulta evidente a partir del resumen anterior, el proceso divulgado no está simplemente limitado a la purificación de para-xileno a partir de una mezcla de isómeros de xileno, sino que es también aplicable a cualquier proceso de separación de sólido-líquido donde se considere el oxígeno molecular un contaminante de proceso indeseado.

[0025] Pueden resultar evidentes para los especialistas en la materia rasgos adicionales de la invención a partir de una revisión de la siguiente descripción detallada, tomada en conjunto con los dibujos, ejemplos y reivindicaciones adjuntas.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

[0026] Para una comprensión más completa de la divulgación, debería hacerse referencia a la siguiente descripción detallada y los dibujos adjuntos en los que:

la Figura 1 es un diagrama de flujo de proceso que ilustra un proceso de cristalización/resuspensión que usa dos pasos de resuspensión y columnas de filtro para recuperar un componente de producto sólido (cristalino);

la Figura 2 es un diagrama de flujo de proceso que ilustra un proceso de cristalización/resuspensión que usa un número arbitrario de pasos de resuspensión y columnas de filtro para recuperar un componente de producto sólido (cristalino);

la Figura 3 es un diagrama de flujo de proceso que ilustra una disposición en serie de cristalizadores y columnas de filtro para recuperar un componente de producto sólido (cristalino); y

la Figura 4 es un diagrama de flujo de proceso que ilustra una disposición en serie de una centrífuga y una columna de filtro para recuperar un componente de producto sólido (cristalino) a partir de un filtrado de centrífuga.

[0027] Aunque los procesos divulgados son susceptibles de realizaciones de diversas formas, se ilustran realizaciones específicas de la invención en los dibujos (y se describirán más adelante) con la comprensión de que la divulgación pretende ser ilustrativa, y no pretende limitar la invención a las realizaciones específicas descritas e ilustradas en la presente memoria.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[0028] Se divulgan generalmente en la presente memoria procesos capaces de separar sólidos de una suspensión de sólido-líquido bajo condiciones que impidan deseablemente el acceso de oxígeno molecular al proceso, en los que la presencia de oxígeno molecular (O₂) puede afectar nocivamente las eficacias, seguridad y/o rendimientos de producto del proceso. Por consiguiente, en una realización general ejemplar del proceso de la invención, se separan para-xileno y oxígeno molecular a partir de una suspensión que contiene los mismos y otros isómeros de xileno bajo condiciones que impidan el acceso de oxígeno molecular al proceso. El para-xileno y el oxígeno molecular se separan preferiblemente de la suspensión en una columna de filtro bajo condiciones que impidan el acceso de oxígeno molecular al proceso, produciendo una torta de filtro que contiene para-xileno y produciendo un filtrado que contiene un componente de producto líquido, incluyendo el componente de producto líquido un producto pobre en para-xileno.

[0029] En otra realización general ejemplar, el proceso es un proceso de separación que incluye purificar para-xileno a partir de una suspensión que contiene el mismo y otros isómeros de xileno bajo condiciones que impidan el acceso de oxígeno molecular al proceso de separación, produciendo un producto pobre en para-xileno, e isomerizar el producto pobre el para-xileno de la separación. El para-xileno se purifica preferiblemente a partir de la suspensión en una columna de filtro bajo condiciones que impidan el acceso de oxígeno molecular al proceso de separación, produciendo una torta de filtro que contiene para-xileno y un filtrado que contiene un componente de producto líquido, incluyendo el componente de producto líquido el producto pobre en para-xileno.

[0030] De acuerdo con estas realizaciones generales ejemplares, el filtrado puede incluir además un fluido de desplazamiento. Preferiblemente, al menos uno de la torta de filtro y el fluido de desplazamiento de filtrado incluye al menos una porción del oxígeno molecular introducido en el proceso. Como se usa en la presente memoria, "al menos una porción del oxígeno molecular introducido en el proceso" significa al menos aproximadamente un 40 %, preferiblemente al menos aproximadamente un 45 % y más preferiblemente al menos aproximadamente un 50 % del oxígeno molecular introducido en el proceso. Además, al menos uno de la torta de filtro y el fluido de desplazamiento de filtrado incluye preferiblemente sustancialmente todo el oxígeno molecular introducido en el proceso. Como se usa en la presente memoria, "sustancialmente todo el oxígeno molecular introducido en el proceso" significa al menos aproximadamente un 80 %, preferiblemente al menos aproximadamente un 90 % y más preferiblemente al menos aproximadamente un 95 % del oxígeno molecular introducido en el proceso.

[0031] Entre las diversas otras realizaciones divulgadas en la presente memoria están procesos que implican el uso de columnas de filtro para separar sólidos a partir de una suspensión de sólido-líquido, por ejemplo en procesos de purificación por cristalización por fusión bajo condiciones especificadas para asegurar que el oxígeno molecular no se infiltra en las corrientes de proceso. Los procesos utilizan varias operaciones unitarias generalmente descritas anteriormente. Una de tales realizaciones incluye la operación de una columna de filtro de manera que limite el acceso de oxígeno molecular al filtrado de columna de filtro. Otra realización de la divulgación incluye el uso de columnas de filtro en combinación con un proceso de cristalización/resuspensión, estando dirigidas realizaciones particulares a subcombinaciones que incluyen un cristizador y una columna de filtro o un tambor de resuspensión y una columna de filtro. Una realización adicional incluye el uso de columnas de filtro en combinación con una disposición en serie de cristalizadores. Otra realización incluye el uso de una columna de filtro en combinación con una centrífuga para recuperar los sólidos residuales que pasan a través de la centrífuga al filtrado de centrífuga. Los datos de prueba y simulación indican que los procesos que usan columnas de filtro según la divulgación son eficaces para limitar el acceso de oxígeno molecular al proceso y mejoran además la eficacia de proceso.

[0032] Una realización preferida de la divulgación incluye un proceso para purificar un producto sólido a partir de una alimentación de suspensión bajo condiciones de proceso que reduzcan o impidan el acceso de oxígeno molecular a las corrientes de flujo de proceso (p.ej., una o más corrientes que salen de operaciones unitarias responsables de purificar el producto sólido). Como ejemplo de esta realización, el proceso puede incluir en primer lugar alimentar una suspensión de sólido/líquido que contiene los componentes para separar, un fluido de desplazamiento y, opcionalmente un fluido de aclarado, a una columna de filtro, estando las tres de dichas corrientes de flujo sustancialmente exentas de oxígeno molecular.

[0033] La alimentación de suspensión de sólido/líquido incluye los sólidos de componente de producto para separar/recuperar por la columna de filtro y un componente secundario líquido para retirar de la alimentación de suspensión. El proceso de purificación divulgado es adecuado para la separación de cualquier sólido de componente de producto dispersado en una suspensión con cualquier componente secundario líquido. Cuando se efectúa el proceso de purificación en conexión con una etapa de cristalización y/o resuspensión, los dos componentes para

separar tienen una diferencia de punto de fusión y los sólidos del componente de producto pueden ser cristales del componente de producto formados en una etapa de cristalización/resuspensión anterior mediante cristalización de un componente de producto en fase líquida. En una realización preferida, los procesos divulgados (que incluyen aquellos descritos a continuación) se usan para separar y purificar para-xileno a partir de otros hidrocarburos, y el

5 componente de producto (en forma líquida o sólida/cristalina) incluye por lo tanto preferiblemente para-xileno. De forma similar, el componente secundario líquido incluye preferiblemente orto-xileno, meta-xileno y/o etilbenceno. Como se usa en la presente memoria, el componente secundario líquido se refiere como "componente" singular, pero puede hacer referencia a un solo compuesto químico o una colección de compuestos químicos que pueden separarse de un componente de producto particular usando los procesos divulgados.

10

[0034] Una columna de filtro es un aparato de separación de sólido-líquido para concentrar una suspensión. Se divulgan ejemplos de columnas de filtro adecuadas en las publicaciones de solicitud de patente de EE.UU. nº 2005/0056599 y 2007/0225539, cuyas divulgaciones se incorporan por la presente a la presente memoria como referencia. Una columna de filtro adecuada incluye un cilindro hueco que contiene uno más tubos que tienen un

15 diámetro externo especificado y que se extienden en dirección axial dentro del cilindro hueco. La pared de cada tubo incluye al menos un filtro que forma la única conexión directa entre el interior del tubo y el interior del cilindro hueco. La columna de filtro separa los sólidos de los líquidos en una suspensión de sólido-líquido (p.ej., un componente de producto sólido suspendido en una solución madre), dirigiendo la suspensión a un primer extremo de la columna de filtro. Un fluido de desplazamiento (p.ej., un gas o líquido inmiscible con el líquido en suspensión) aplica una

20 retropresión al segundo extremo de la columna de filtro, ayudando a impulsar una porción del líquido de suspensión a través del filtro al interior del tubo para extraer como filtrado (p.ej., solución madre) a partir de los tubos de la columna de filtro, formando así una suspensión concentrada (concretamente lecho) de sólidos en el cilindro hueco y alrededor de los tubos. La suspensión concentrada de sólidos se extrae del segundo extremo de la columna de filtro mediante un canal de rebose de producto, por ejemplo en forma de una torta de producto concentrada que contiene

25 pequeñas cantidades de líquido de suspensión (p.ej., solución madre) y/o fluido de desplazamiento.

[0035] Opcionalmente, se alimenta un fluido de aclarado al canal de producto para despejar el canal de producto de obstrucciones. Preferiblemente, cuando se usa un fluido de aclarado, el canal de producto incluye también un depósito de zona de resuspensión, por ejemplo cuando el fluido de aclarado incluye líquido de

30 suspensión reciclado (solución madre) y/o componente de producto líquido. En esta realización de resuspensión de la columna de filtro, el depósito de zona de resuspensión desempeña la función de un tambor de resuspensión separado (véase a continuación). Análogamente al tambor de resuspensión, sale un efluente de suspensión que tiene cristales de componente de producto dispersados en un líquido que incluye el componente secundario líquido y una porción del componente de producto líquido no cristalizado de la columna de filtro de resuspensión a través de

35 una salida en el primer extremo de la columna de filtro de resuspensión. El uso de una columna de filtro que incorpora un depósito de zona de resuspensión es una configuración preferida porque es compacto, reduciendo el número de piezas del equipo de proceso y permitiendo además poner la unidad a nivel (concretamente, en contraposición con una centrífuga que se basa en la gravedad para el transporte de su torta de filtro y debe estar elevada). Como se usa en la presente memoria, el término "columna de filtro" hace referencia tanto a la realización

40 general descrita anteriormente como a la realización que incluye además un depósito de zona de resuspensión y fluido de aclarado.

[0036] En general, el fluido de desplazamiento puede incluir un gas y/o un líquido, cada uno de los cuales es preferiblemente inerte, inmiscible y/o insoluble con respecto al componente de producto (p.ej., los sólidos/cristales de

45 componente de producto no son solubles en el fluido de desplazamiento y el producto líquido/componentes secundarios no son miscibles con el fluido de desplazamiento). Cuando el componente de producto incluye para-xileno, el fluido de desplazamiento está sustancialmente exento de oxígeno molecular (p.ej., O₂ disuelto en un fluido de desplazamiento líquido, O₂ gaseoso en un fluido de desplazamiento gaseoso). Cuando el componente de producto incluye para-xileno, entonces el fluido de desplazamiento es preferiblemente un gas seleccionado del grupo

50 consistente en nitrógeno, dióxido de carbono, hidrógeno, metano, etano, gas natural, uno o más gases nobles (p.ej., helio, xenón, argón, neón) y mezclas de los mismos. El nitrógeno es un fluido de desplazamiento particularmente preferido. El gas nitrógeno es eficaz para arrastrar cualquier oxígeno presente en la alimentación y asegura deseablemente que el filtrado contenga menos oxígeno que el de la alimentación. En la medida en que el gas nitrógeno se recicle, el oxígeno presente en este reciclado puede retirarse antes de reutilizar el gas nitrógeno

55 reciclado; sin embargo, habría costes adicionales asociados a este procedimiento.

[0037] Una vez se introducen la alimentación de suspensión, el fluido de desplazamiento y (opcionalmente) el fluido de aclarado en la columna de filtro, se separan los sólidos de componente de producto y el componente secundario sólido de la suspensión en la columna de filtro, formando un filtrado y una torta de filtro. El filtrado

contiene el componente secundario líquido y el fluido de desplazamiento y puede contener además una cantidad residual baja de componente de producto (p.ej., componente de producto líquido originalmente en la alimentación de suspensión y/o sólidos finos de componente de producto capaces de pasar a través del filtro de la columna de filtro). La torta de filtro está predominantemente compuesta por sólidos de componente de producto, pero contendrá

5 generalmente también una porción residual del componente secundario líquido que no pasa a través del filtro al filtrado. En un proceso de purificación de para-xileno, la torta de filtrado tiene generalmente una humedad de torta de aproximadamente un 15 % en peso a aproximadamente un 20 % en peso, lo que significa que la torta de filtro contiene de aproximadamente 80 % en peso a aproximadamente 85 % en peso de cristales de para-xileno sólido y de aproximadamente 15 % en peso a aproximadamente 20 % en peso de hidrocarburos C₈ mixtos en forma líquida.

10 **[0038]** Se ha encontrado que la operación de una columna de filtro de esta manera puede proporcionar una ventaja de proceso relacionada con la ausencia (o el impedimento de la introducción) de oxígeno molecular en las corrientes de flujo de proceso (p.ej., el filtrado de la columna de filtro). Se ha encontrado que una columna de filtro que funciona de acuerdo con las condiciones de proceso divulgadas en la presente memoria minimiza el contenido

15 de oxígeno molecular del filtrado, ayudando a impedir una coquización y obstrucciones indeseables en la unidad de isomerización (reactor). Al contrario que otros separadores de sólido-líquido (p.ej., algunas centrifugas), la columna de filtro que funciona de acuerdo con las condiciones de proceso expuestas en la presente memoria asegura que la concentración de oxígeno molecular del filtrado sea menor o igual a la concentración de oxígeno molecular de la alimentación de suspensión. Por consiguiente, las columnas de filtro deberían funcionar al menos a presión

20 ambiental, y preferiblemente a presiones superiores a la presión ambiental (p.ej., aproximadamente 2 psig a aproximadamente 30 psig) para minimizar el contenido de oxígeno molecular del filtrado. En una operación altamente preferible, la columna de filtro funciona a una presión elevada de al menos aproximadamente 0,5 psi superior a la presión ambiental (concretamente, al menos aproximadamente 0,5 psig), aún más preferiblemente al menos aproximadamente 5 psi superior a la presión ambiental, todavía más preferiblemente al menos

25 aproximadamente 10 psi superior a la presión ambiental y más preferiblemente además al menos a aproximadamente 15 psi superior a la presión ambiental. Un intervalo de presión altamente preferido para el funcionamiento de la columna de filtro es de aproximadamente 1,5 psi a aproximadamente 3 psi superior a la presión ambiental (concretamente, de aproximadamente 0,5 psig a aproximadamente 3 psig). Aunque una presión superior a la presión ambiental es una condición necesaria para asegurar que no accede oxígeno molecular, una presión

30 demasiado superior a la presión ambiental impulsará innecesariamente los gastos operativos del proceso a un nivel en que pueden perderse los beneficios económicos del proceso. Además, el recipiente usado para efectuar la separación tendrá una calificación de presión no superable que fija eficazmente el límite superior de la presión operativa a la que, en la mayoría de casos, no se acercará aunque sea no obstante adecuado. En consecuencia, debería mantenerse una observación estrecha de la presión para disfrutar de los muchos beneficios posibilitados por

35 los hallazgos presentados en la presente memoria.

[0039] La referencia en la presente memoria a una presión operativa de la etapa de separación (o a las presiones de columna de filtro descritas en el párrafo anterior) hace referencia a la menor de las múltiples presiones a las que pueden funcionar las diversas porciones (interior, entradas de alimentación y salidas) de una unidad de

40 separación. Por ejemplo, cuando la unidad de separación es una columna de filtro, se entiende que la columna no es isobárica y que su operación práctica está basada en gradientes de presión. La presión se mide típicamente en la columna en tres localizaciones para inferir los gradientes. La presión de alimentación de suspensión es la presión más altas de las tres. La segunda más alta de las tres presiones es la presión de entrada de fluido de desplazamiento. La menor de las tres presiones es la presión a la que el fluido de desplazamiento y el filtrado salen

45 de la columna. La presión en cualquier localización en la columna está limitada por la más alta y más baja de estas presiones. Por consiguiente, a condición de que la presión a la que el fluido de desplazamiento y el filtrado salen de la columna sea mayor que la presión atmosférica (ambiental), entonces puede considerarse que la presión en cualquier otro lugar en la columna es mayor que la presión atmosférica (ambiental). Además, a condición de que la presión en la columna (unidad de separación) supere la presión atmosférica (ambiental), puede impedirse el acceso

50 de oxígeno molecular.

[0040] Generalmente, la cantidad de oxígeno molecular presente en la corriente pobre en producto (p.ej., pobre en para-xileno) que sale de la unidad de separación está relacionada con la cantidad de tal oxígeno que entra en la unidad a través de la alimentación y se arrastra de la unidad por el fluido de desplazamiento. Las corrientes de

55 alimentación a la columna de filtro deberían estar sustancialmente exentas de oxígeno molecular. De acuerdo con las condiciones de proceso divulgadas en la presente memoria, la columna de filtro funciona a una presión superior a la presión ambiental, y no tiene piezas móviles. Como se usa en la presente memoria, una corriente está sustancialmente exenta de oxígeno molecular si no contiene una cantidad de oxígeno molecular (p.ej., O₂ disuelto en una corriente líquida, O₂ gaseoso en una corriente gaseosa) que, si se transfiere al filtrado (específicamente al

componente secundario líquido del mismo), afectaría adversamente el desempeño de una operación unitaria posterior (p.ej., unidad de isomerización o intercambiador de calor dispuesto entre las unidades de isomerización y separación). Por ejemplo, cada una de las corrientes de alimentación de columna de filtro contiene preferiblemente aproximadamente 5 partes por millón (ppm) en peso o menos (más preferiblemente aproximadamente 2 ppm o menos, y aún más preferiblemente aproximadamente 1 ppm o menos) de oxígeno molecular, basada en el peso total de la corriente, y una corriente individual puede estar simplemente exenta de oxígeno molecular. Al funcionar de esta manera, la columna de filtro no permitirá que el oxígeno molecular del aire ambiental se infiltre en la operación unitaria y contamine las corrientes de proceso que fluyen a su través. Por consiguiente, la concentración de oxígeno molecular del filtrado de la columna de filtro es preferiblemente de aproximadamente 2 ppm en peso o menos (más preferiblemente de aproximadamente 0,7 ppm en peso o menos, y aún más preferiblemente de aproximadamente 0,4 ppm en peso o menos), basada en el peso total del filtrado de la columna de filtro.

[0041] Como se señala anteriormente en la presente memoria, el bajo nivel de oxígeno molecular es particularmente beneficioso cuando el filtrado (específicamente el componente secundario líquido del mismo) se alimenta a un reactor químico para convertir el componente secundario líquido en componente de producto, por ejemplo en una unidad de isomerización catalítica que convierte orto-xileno, meta-xileno y etilbenceno en para-xileno (descrito con más detalle a continuación). El oxígeno molecular en la alimentación de la unidad de isomerización es un contaminante que causa coquización y obstrucción del reactor catalítico y/o precalentador del reactor. Véase, p.ej., W. T. Koetsier y J. van Leenen, "Oxygen Induced Fouling in a Xylene Isomerization Reactor Bed," Catalyst Deactivation, 1987 (G. Delmon and G. F. Froment, eds.).

[0042] La Figura 1 ilustra un proceso de cristalización/resuspensión 100 que usa un paso de cristalización 105 seguido de un primer paso de resuspensión 125 y un segundo paso de resuspensión 145 en conexión con al menos una columna de filtro, recuperando un componente de producto sólido (cristalino) a partir de una alimentación multicomponente líquida, pudiendo fundirse posteriormente dicho componente de producto sólido formando un componente de producto líquido sustancialmente puro. El paso de cristalización 105 incluye un cristizador 110 y una unidad de separación 120. El paso de cristalización 105 es seguido por el primer paso de resuspensión 125, que incluye un tambor de resuspensión 130 y una unidad de separación 140. El primer paso de resuspensión 125 es seguido por el segundo paso de resuspensión (o "de producto" o "final") 145, que incluye un tambor de resuspensión 150 y una unidad de separación 160.

[0043] De forma equivalente, el proceso de cristalización/resuspensión 100 puede verse como una serie de uno o más pasos de separación/resuspensión precedidos por el cristizador 110 (que alimenta el primer paso de separación/resuspensión) y seguidos por la unidad de separación 160 (que purifica el efluente de producto a partir del paso de separación/resuspensión final). Esto se ilustra en la Figura 1 por dos pasos de separación/resuspensión 115 y 135, aunque el proceso de cristalización/resuspensión 100 podría tener solo un único paso de separación/resuspensión o más de dos pasos de separación/resuspensión. El paso de separación/resuspensión 115 incluye la unidad de separación 120 y el tambor de resuspensión 130, y es seguido en serie por el paso de separación/resuspensión 135, que incluye la unidad de separación 140 y el tambor de resuspensión 150.

[0044] Un recipiente de cristalización (cristizador) enfría una alimentación líquida anterior que tiene al menos dos componentes miscibles para recuperar uno de los componentes de la alimentación líquida. Se divulga un ejemplo adecuado de un proceso de purificación por cristalización por fusión en la patente de EE.UU. nº 3.177.265, cuya divulgación se incorpora por la presente a la presente memoria como referencia. La alimentación líquida incluye un componente de producto líquido para separar de la alimentación y un componente secundario líquido que deseablemente no se recupera con el componente de producto líquido y se alimenta a la entrada del cristizador. El componente de producto líquido tiene un punto de fusión mayor que el punto de fusión del componente secundario líquido. El cristizador enfría la corriente de alimentación líquida a una temperatura suficiente para cristalizar al menos una porción del componente de producto líquido. Para una alimentación líquida particular, la temperatura puede estar limitada por la temperatura eutéctica del sistema de alimentación. Por tanto, el cristizador funciona preferiblemente a una temperatura superior a la temperatura eutéctica definida por la mezcla de producto y componentes secundarios para evitar la cocrystalización del componente secundario junto con el componente de producto. El cristizador tiene preferiblemente un volumen/tiempo de residencia suficiente para cristalizar una porción sustancial del componente de producto líquido en la alimentación líquida. Un efluente de suspensión (concretamente, una suspensión de sólido-líquido) sale del cristizador a través de una salida. El efluente de suspensión tiene cristales de componente de producto sustancialmente puro dispersados en un líquido que incluye principalmente el componente secundario líquido, pero incluye también posiblemente una porción del componente de producto líquido no cristalizado.

[0045] Un tambor de resuspensión equilibra una torta de filtro anterior de cristales de componente de producto con una corriente de diluyente habitualmente más caliente que contiene un componente de producto (líquido) adicional, proporcionando una suspensión adecuada para procesamiento posterior. Se describe un tambor de resuspensión adecuado en la patente de EE.UU. nº 6.565.653, cuya divulgación se incorpora por la presente a la presente memoria como referencia. Se alimentan una torta sólida de cristales de componente de producto y un diluyente líquido que contiene tanto el producto líquido como los componentes secundarios a una entrada de un tambor de resuspensión adecuado. La torta sólida y el diluyente líquido pueden añadirse al tambor de resuspensión separadamente (concretamente, a través de dos líneas de alimentación diferentes) o pueden mezclarse anteriormente al tambor de resuspensión y añadirse al mismo a través de una línea de alimentación única. El tambor de resuspensión es un depósito que contiene cristales de componente de producto y tiene suficiente volumen/tiempo de residencia para equilibrar los cristales de componente de producto con el componente de producto líquido en el depósito. Los contenidos del tambor de resuspensión se agitan preferiblemente mientras se equilibran. Un efluente de suspensión (concretamente, una suspensión de sólido-líquido) sale del tambor de resuspensión a través de una salida. El efluente de suspensión tiene cristales de componente de producto dispersados en un líquido que incluye el componente secundario líquido y una porción del componente de producto líquido no cristalizado.

[0046] En general, una unidad de separación individual puede ser una columna de filtro, una columna de lavado o una centrífuga (descrita en la presente memoria) o cualquier otro tipo de separador de sólido-líquido conocido en la materia. En realizaciones según la divulgación, al menos una de las unidades de separación es una columna de filtro, y la columna de filtro se usa preferiblemente en al menos un paso de resuspensión no de producto (o no final). Por ejemplo, en la realización ilustrada en la Figura 1, al menos una de las unidades de separación 120, 140 y 160 es una columna de filtro, y la columna de filtro se usa preferiblemente como una o ambas unidades de separación 120 y 140. En contraposición, la unidad de separación 160 es preferiblemente una columna sin filtro, por ejemplo una columna de lavado o una centrífuga.

[0047] Las columnas de filtro son unidades de separación anteriores (concretamente, de paso no de producto) preferidas basándose en la variedad de eficacias de proceso que confieren. Por ejemplo, respecto a las centrífugas, las columnas de filtro no tienen piezas rotativas (simplificando por tanto la construcción y mantenimiento), confieren menos energía mecánica a los fluidos de proceso (reduciendo por tanto los costes de refrigeración y la pérdida de producto debidos a la fusión de los cristales de producto en un torta de centrífuga) y tienen mayores recuperaciones que las centrífugas basadas en el menor contenido de sólidos en el filtrado. Adicionalmente, las columnas de filtro permiten ajustar fácilmente la humedad de la torta de filtro variando la cantidad de fluido de desplazamiento, y pueden usarse para crear procesos espacialmente más compactos y/o para aumentar la capacidad de los procesos existentes al reemplazar centrífugas por columnas de filtro. También se ha encontrado que, en ciertas condiciones operativas divulgadas en la presente memoria, las columnas de filtro eliminan el acceso de oxígeno a las corrientes de proceso. Respecto a las columnas de lavado, la ausencia de piezas rotativas es también una ventaja, porque las columnas de lavado tienen generalmente piezas rotativas u omiten las piezas rotativas a costa de una productividad relativamente baja por volumen unitario de la columna de lavado. Además, las columnas de filtro tendrán mayores productividades en condiciones comparables y funcionarán en un intervalo de temperaturas más amplio que las columnas de lavado.

[0048] En contraposición, se prefieren las columnas sin filtro para uso como unidades de separación en pasos de producto del proceso. Típicamente, las columnas de lavado y centrífugas proporcionan corrientes de producto de mayor pureza respecto a las columnas de filtro, y las columnas de producto requieren por tanto menos procesamiento adicional antes del almacenamiento o uso posteriores. Aunque una columna de filtro recupera generalmente una fracción mayor de cristales de componente de producto que entran en la unidad de separación en su corriente de producto, la columna de filtro recupera típicamente también una mayor porción de componente secundario líquido en su corriente de producto.

[0049] Una columna de lavado (o una columna de lavado hidráulico) es un aparato de separación de sólido-líquido para concentrar una suspensión. Se divulgan ejemplos de columnas de lavado adecuadas en las patentes de EE.UU. nº 4.734.102 y 4.735.781, cuyas divulgaciones se incorporan por la presente a la presente memoria como referencia. Una columna de lavado incluye un cilindro hueco que contiene uno o más tubos que tienen un diámetro externo especificado y que se extienden en dirección axial dentro del cilindro hueco. La pared de cada tubo incluye al menos un filtro que forma la única conexión directa entre el interior del tubo y el interior del cilindro hueco. La columna de lavado separa los sólidos de los líquidos en una suspensión de sólido-líquido (p.ej., un componente de producto sólido suspendido en una solución madre), dirigiendo la suspensión a un primer extremo de la columna de lavado y un líquido de lavado a un segundo extremo de la columna de lavado en flujo a contracorriente con la suspensión, formando así un lecho en el cilindro hueco y alrededor de los tubos. Un filtrado (p.ej., solución madre)

de la suspensión escapa a través de los filtros de los tubos de filtro al interior de los tubos, y se extrae entonces de la columna de lavado (p.ej., del primer extremo de la columna de lavado). Se extrae una suspensión concentrada de sólidos de componente de producto del segundo extremo de la columna de lavado. El líquido de lavado introducido en el segundo extremo de la columna de lavado resuspende la suspensión concentrada de sólidos y puede fundir algunos de los sólidos recuperados. Cuando se usa la columna de lavado para separar/purificar una suspensión derivada de un proceso de cristalización por fusión, el líquido de lavado incluye producto cristalino fundido de la suspensión.

[0050] Las centrifugas que son adecuadas para uso como separadores de sólido-líquido no están particularmente limitadas e incluyen aquellas conocidas generalmente en la materia tales como, por ejemplo, centrifugas de filtración, y en particular centrifugas de tamiz, de tazón sólido y/o de empuje. Una centrifuga adecuada incluye generalmente una entrada para una suspensión de sólido-líquido (p.ej., un componente de producto sólido suspendido en una solución madre) para separar, una primera salida para la suspensión de sólido concentrado (p.ej., una torta de filtro de producto) y una segunda salida para el líquido filtrado (p.ej., solución madre) de la suspensión de entrada. En algunas realizaciones (p.ej., cuando se usa una centrifuga de tamiz), la centrifuga incluye una tercera salida para líquido filtrado de la suspensión de entrada, difiriendo la segunda y tercera corrientes de salida en la cantidad relativa de sólidos (p.ej., componente de producto no recuperado residual) contenida en cada una. En tales realizaciones, la segunda salida puede ser una corriente de filtrado baja en sólidos y la tercera salida puede ser una corriente de filtrado rica en sólidos.

[0051] En la realización ilustrada en la Figura 1, el proceso de purificación y recuperación de componente de producto empieza alimentando una corriente de alimentación líquida 204 al cristizador 110. Como se describe anteriormente, la corriente de alimentación 204 incluye un componente de producto líquido y un componente secundario líquido, teniendo el componente de producto líquido un punto de fusión mayor que el del componente secundario líquido. Aunque la corriente de alimentación 204 puede tener generalmente cualquier distribución deseada entre los componentes secundarios de producto líquido, una corriente de alimentación preferida 204 para la purificación de para-xileno incluye de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 30 % en peso (más preferiblemente de aproximadamente un 15 % en peso a aproximadamente un 25 % en peso) de para-xileno. El cristizador 110 funciona a una temperatura suficiente para cristalizar al menos una porción del componente de producto líquido a partir de la corriente de alimentación líquida 204, formando un efluente de suspensión 208 que incluye tanto cristales de componente de producto como el componente secundario líquido. Por ejemplo, cuando la corriente de alimentación 204 incluye de aproximadamente 22 % en peso a aproximadamente 23 % en peso de para-xileno, es una temperatura de cristalización adecuada a presión atmosférica aproximadamente -89 °F (-67 °C) o aproximadamente 2 °F (1,1 °C) más caliente que la temperatura eutéctica binaria de aproximadamente 91 °F (-68 °C). La temperatura de cristalización variará generalmente basándose en la cantidad de para-xileno presente en cualquier corriente reciclada a la corriente de alimentación 204. En un proceso de purificación de para-xileno continuo, el tiempo de residencia en el cristizador 110 es preferiblemente suficiente para cristalizar una porción sustancial del componente de producto líquido en la corriente de alimentación 204, por ejemplo al menos aproximadamente un 50 % en peso (más preferiblemente al menos aproximadamente un 70 % en peso) del componente de producto líquido en la corriente de alimentación 204.

[0052] El efluente de suspensión 208 se alimenta entonces a la unidad de separación 120, que es una columna de filtro en una realización preferida, pero puede ser también una columna de lavado o una centrifuga. La columna de filtro 120 separa al menos parcialmente los cristales de componente de producto y el componente secundario líquido del efluente de suspensión 208, formando una torta de filtro 212 y un filtrado 216. La torta de filtro 212 es predominantemente una torta sólida de cristales de componente de producto. Preferiblemente, se recuperan sustancialmente todos los cristales de componente de producto del efluente de suspensión 208 en la torta de filtrado 212, y la torta de filtrado 212 tiene una concentración en peso de componente de producto (concretamente, líquidos y sólidos combinados) mayor que la del filtrado 216. La torta de filtrado 212 incluye también una pequeña cantidad de líquido, que incluye generalmente tanto el componente secundario líquido como el componente de producto líquido. Específicamente, la torta de filtro 212 incluye preferiblemente de aproximadamente un 50 % en peso a aproximadamente un 99 % en peso (más preferiblemente de aproximadamente un 75 % en peso a aproximadamente un 88 % en peso) de cristales de componente de producto, basado en el peso total de la torta de filtro incluyendo cualquier líquido. El filtrado 216 es predominantemente una corriente líquida del componente secundario líquido, y preferiblemente se recupera sustancialmente todo el componente secundario líquido del efluente de suspensión 208 en el filtrado 216. Sin embargo, el filtrado 216 puede incluir una pequeña cantidad de componente de producto líquido y/o cristales de componente de producto. En general, el filtrado 216 puede desecharse como una corriente de desecho o, preferiblemente, reciclarse para procesamiento posterior. La columna de filtro 120 incluye preferiblemente una corriente de alimentación de fluido de desplazamiento adicional (no

mostrada) para proporcionar una fuerza impulsora para desplazar el producto líquido y los componentes secundarios del efluente de suspensión 208, formando el filtrado 216.

5 **[0053]** Se alimentan entonces la torta de filtro 212 y un diluyente de resuspensión 240 al primer tambor de resuspensión 130 a través de la corriente 220. El diluyente de resuspensión 240 es una corriente líquida que incluye tanto el componente de producto líquido como el componente secundario líquido. Como se ilustra en la Figura 1, se mezclan la torta de filtro 212 y el diluyente de resuspensión 240 anteriormente al primer tambor de resuspensión 130 y se alimentan entonces a través de la corriente única 220. En una realización alternativa (no mostrada), sin embargo, pueden alimentarse la torta de filtro 212 y el diluyente de resuspensión 240 al primer tambor de
10 resuspensión 130 en forma de dos corrientes separadas.

15 **[0054]** En una realización adicional (no mostrada), la unidad de separación 120 anterior puede ser una centrífuga. En este caso, el efluente de centrífuga que se alimenta al primer tambor de resuspensión 130 es similar a la torta de filtro 212 (concretamente, una torta predominantemente sólida de los cristales de componente de producto con una pequeña cantidad de componente secundario líquido y componente de producto líquido).

20 **[0055]** El tambor de resuspensión 130 es un depósito que contiene una suspensión de sólido-líquido que incluye cristales de componente de producto, el componente de producto líquido y el componente secundario líquido. En el tambor de resuspensión 130, se equilibran los cristales de componente de producto con el producto líquido y componentes secundarios durante un tiempo suficiente para formar un efluente de resuspensión 224. El equilibrado calienta el efluente de resuspensión respecto a la temperatura de la torta de filtro 212. En un proceso continuo, el volumen del tambor de resuspensión 130 y las tasas de alimentación de la torta de filtro 212 y el diluyente de resuspensión 240 pueden seleccionarse para proporcionar un tiempo de residencia suficiente para el equilibrado.
25

[0056] Se alimenta entonces el efluente de resuspensión 224 a la unidad de separación 140, que funciona análogamente a la unidad de separación 120. La unidad de separación 140 puede ser una columna de filtro, columna de lavado o centrífuga. Preferiblemente, la unidad de separación 140 es una columna de filtro. La columna de filtro 140 funciona de forma similar a la columna de filtro 120, formando una torta de filtro 228 que tiene
30 contenidos análogos a la torta de filtro 212, y un filtrado 232 que contiene tanto el componente de producto líquido como el componente secundario líquido. Aunque el filtrado 232 puede desecharse como corriente de desecho, se recicla preferiblemente para procesamiento adicional. Como se ilustra en la Figura 1, se recicla una porción 236 del filtrado 232 en el tambor de resuspensión 130 como diluyente de resuspensión 240 (en cuyo caso el filtrado 232 incluye al menos algo de componente de producto líquido), y se recicla una porción 244 del filtrado 232 al
35 cristizador 110 como contribución a la corriente de alimentación líquida 204. El diluyente de resuspensión 240 puede calentarse con un calentador de diluyente 242, proporcionando una entrada de calor seleccionada de tal modo que la temperatura resultante de la suspensión de sólido-líquido en el tambor de resuspensión 130 se ajuste a un valor deseado.

40 **[0057]** Se alimentan entonces la torta de filtro 228 y el diluyente de resuspensión 272 al segundo tambor de resuspensión 150 a través de una corriente 248. El segundo tambor de resuspensión 150 funciona análogamente al primer tambor de resuspensión 130, formando por tanto un efluente de resuspensión 252 que incluye los cristales de componente de producto, el componente de producto líquido y el componente secundario líquido.

45 **[0058]** Se alimenta entonces el efluente de resuspensión 252 a la unidad de separación final 160 en la realización ilustrada de la Figura 1. La unidad de separación final 160 es preferiblemente un separador de sólido-líquido diferente de una columna de filtro, por ejemplo una columna de lavado o una centrífuga. La unidad de separación 160 incluye un filtrado 268 (similar a los otros filtrados anteriores 216 y 232) como primera salida. El filtrado 268 es una corriente líquida que contiene tanto el componente de producto líquido como el componente
50 secundario líquido, aunque puede incluir una pequeña cantidad de cristales de componente de producto. Aunque el filtrado 268 puede desecharse como corriente de desecho, se recicla preferiblemente para procesamiento adicional. Como se ilustra en la Figura 1, se recicla una porción del filtrado 268 al segundo tambor de resuspensión 150 como diluyente de resuspensión 272, y se recicla una porción 276 del filtrado 268 al primer tambor de resuspensión 130 como contribución al diluyente de resuspensión 240. El diluyente de resuspensión 272 puede calentarse con un
55 calentador de diluyente 274, proporcionando una entrada de calor seleccionada de tal modo que la temperatura resultante de la suspensión de sólido-líquido en el tambor de resuspensión 150 se ajuste a un valor deseado. La unidad de separación 160 incluye también una corriente de producto 256. La corriente de producto 256 puede incluir predominantemente cristales de componente de producto junto con algo de componente de producto líquido (p.ej., una torta de filtro lavada formada cuando la unidad de separación 160 es una centrífuga), o puede incluir una

fracción sustancial de tanto cristales de componente de producto como componente de producto líquido (p.ej., una salida de suspensión lavada formada cuando la unidad de separación 160 es una columna de lavado). Se usa preferiblemente un calentador 170 para fundir cualquier cristal de componente de producto restante en la corriente de producto 256. Se recicla preferiblemente una porción de la corriente de producto fundido 256 a la unidad de separación 160 en forma de líquido de lavado 260, y se extrae una porción como corriente de producto final 264, que es una corriente de componente de producto líquido purificado. Preferiblemente, el líquido de lavado 260 y/o la corriente de producto final 264 contienen el componente de producto líquido a una concentración en peso de al menos aproximadamente un 99,5 % en peso (preferiblemente al menos aproximadamente un 99,7 % en peso, más preferiblemente al menos aproximadamente un 99,8 % en peso, por ejemplo aproximadamente un 99,9 % en peso).

10 **[0059]** El rendimiento del proceso divulgado puede aumentarse reciclando el filtrado de la unidad de separación del paso de cristalización a un reactor químico que puede convertir al menos una porción del componente secundario líquido en el componente de producto líquido, que puede reciclarse entonces al paso de cristalización 105. Por ejemplo, cuando se usan los procesos divulgados para separar y purificar para-xileno, se
15 recicla preferiblemente el filtrado 216 a partir de la unidad de separación 120 hasta una unidad de isomerización 180 (concretamente, un reactor químico) para convertir el componente secundario líquido (concretamente orto-xileno, meta-xileno y/o etilbenceno) en el componente de producto líquido (concretamente para-xileno), aumentando así el rendimiento potencial del proceso global 100. La unidad de isomerización 180 incluye generalmente tanto un reactor para la conversión catalítica de orto-xileno, meta-xileno y/o etilbenceno en para-xileno como una unidad de
20 destilación para la separación de una corriente de producto de hidrocarburo aromático C₈ de los componentes más pesados y más ligeros. Los detalles de la isomerización y destilación son conocidos en la materia, por ejemplo como se describen en la patente de EE.UU. n° 5.284.992, cuya divulgación se incorpora por la presente a la presente memoria como referencia.

25 **[0060]** Como se ilustra en la Figura 1, se alimentan un filtrado empobrecido en para-xileno (concretamente, pobre en para-xileno) 216 (p.ej., incluyendo hasta aproximadamente un 15 % en peso de para-xileno) y una alimentación de hidrógeno 280 a la unidad de isomerización 180. Los adjetivos “empobrecido en para-xileno”, “pobre en para-xileno” y variaciones de los mismos cuando se usan con relación a la descripción de una corriente de
30 operación unitaria hacen referencia a una corriente que sale de una operación unitaria que contiene menos para-xileno que el contenido en una corriente alimentada a esa operación unitaria. La reacción catalítica en la unidad de isomerización 180 convierte el orto-xileno, meta-xileno y/o etilbenceno de entrada en para-xileno, y genera también componentes hidrocarburos más pesados y más ligeros. Los productos de reacción se separan en la porción de destilación de la unidad de isomerización 180, formando una corriente de desecho de hidrocarburos ligeros 288 (p.ej., que incluye hidrocarburos alifáticos y aromáticos C₁ a C₇), una corriente de hidrocarburos pesados 290 (p.ej.,
35 que incluye hidrocarburos alifáticos y aromáticos C₉ y mayores) y un isomerizado 284. La corriente de isomerizado 284 incluye generalmente la siguiente mezcla de hidrocarburos aromáticos C₈: de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 25 % en peso (p.ej., aproximadamente un 22 % e peso) de para-xileno, de aproximadamente un 15 % en peso a aproximadamente un 30 % en peso de orto-xileno, de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 55 % en peso de meta-xileno y de aproximadamente un 5 % en peso a
40 aproximadamente un 15 % en peso de etilbenceno. Como se ilustra en la Figura 1, se combinan la corriente de isomerizado 284 y una alimentación de xileno mixta 292 formando una alimentación al paso de cristalización 296. Se combinan entonces la alimentación al paso de cristalización 296 y la porción reciclada 244 del filtrado 232, formando la corriente de alimentación líquida 204 al cristizador 110.

45 **[0061]** Aunque la realización descrita del proceso de cristalización/resuspensión usando columnas de filtro ilustrada en la Figura 1 incluye un paso de cristalización seguido en serie por dos pasos de resuspensión, el proceso divulgado no está limitado a esto. La Figura 2 ilustra un proceso de cristalización/resuspensión genérico que usa columnas de filtro que incluye un paso de cristalización 305 seguido en serie por un número arbitrario n de pasos de resuspensión intermedios 325 y un paso de resuspensión final 345. Es posible cualquier número de pasos de resuspensión intermedios 325, incluyendo cero (concretamente, $n \geq 0$, donde $n = 0$ representa un único proceso de resuspensión), de tal modo que el número mínimo de pasos de purificación/separación es dos: el paso de cristalización 305 seguido por el paso de resuspensión final 345. Es un beneficio de aumentar el número de pasos de resuspensión que puede obtenerse una pureza de producto dada con más eficacia energética o, como alternativa, que puede obtenerse una mayor pureza de producto con una entrada de energía equivalente. Además
50 de la diferencia potencial en el número de pasos de resuspensión, las operaciones unitarias y corrientes de numeración similar en las Figuras 1 y 2 tienen funciones análogas y no se describen con más detalle.

[0062] Por ejemplo, en el paso de cristalización 305, el cristizador 310 de la Figura 2 es análogo en función al cristizador 110 anteriormente descrito de la Figura 1, que tiene una corriente de alimentación 404 y un efluente

de suspensión 408. Se alimenta entonces el efluente de suspensión 408 a una unidad de separación 320 (preferiblemente una columna de filtro) que separa al menos parcialmente los cristales de componente de producto y el componente secundario líquido del efluente de suspensión 408, formando una torta de filtro 412 y un filtrado 416.

5 **[0063]** Como se ilustra en la Figura 2, la corriente de alimentación de resuspensión para cada paso de resuspensión 325_n incluye la corriente de producto enriquecida del paso de purificación o resuspensión precedente anterior. Esto puede visualizarse más fácilmente, como sigue, considerando el proceso en que $n = 3$ y contemplando las diversas corrientes de proceso en medio de los tres pasos de resuspensión, concretamente el paso de resuspensión 325_2 . En ese paso de resuspensión medio 325_2 , una alimentación 420_2 a un tambor de resuspensión
 10 330_2 incluye la contribución de una torta de filtro anterior 428_1 . En ese paso de resuspensión medio 325_2 , se alimenta entonces un efluente de resuspensión 424_2 a una unidad de separación 340_2 (preferiblemente una columna de filtro), formando la torta de filtro posterior 428_2 y el filtrado 432_2 . Considerado más genéricamente, la alimentación 420 al tambor de resuspensión 330 en el paso de resuspensión n ésimo 325 incluye la contribución de la torta de filtro anterior (concretamente, la torta de filtro 412 cuando $n = 1$ y la corriente de producto enriquecida es la salida del
 15 paso de cristalización 305 , o la torta de filtro anterior 428 cuando $n \geq 2$ y la corriente de producto enriquecida es la salida 325 del paso de resuspensión n ésimo-1). En el paso de resuspensión 325 n ésimo, se alimenta entonces un efluente de resuspensión 424 a una unidad de separación 340 (preferiblemente una columna de filtro), formando una torta de filtro 428 y un filtrado 432 . Preferiblemente, el diluyente de resuspensión para cada paso de resuspensión incluye una porción reciclada del filtrado de la etapa de resuspensión de al menos uno del mismo paso de
 20 resuspensión y un paso de resuspensión subsiguiente posterior. Volviendo a visualizar de nuevo el proceso cuando $n = 3$ y contemplando las diversas corrientes de proceso en medio de los tres pasos de resuspensión (concretamente, el paso de resuspensión 325_2), se recicla la porción 436_2 del filtrado 432_2 al tambor de resuspensión 330_2 en forma de un diluyente de resuspensión 440_2 (calentado, por ejemplo, por un calentador de resuspensión 442_2) en el paso de resuspensión medio 325_2 . Se recicla una porción 444_2 del filtrado 432_2
 25 posteriormente al tambor de resuspensión 330_1 del primer paso de resuspensión 325_1 . Considerado más genéricamente en la ilustración de la Figura 2, se recicla una porción 436 del filtrado 432 al tambor de resuspensión 330 en forma de un diluyente de resuspensión 440 (calentado, por ejemplo, por un calentador de resuspensión 442) en el n ésimo paso de resuspensión 325 , y se recicla una porción 444 del filtrado 432 posteriormente al cristizador 310 (concretamente, cuando $n = 1$) o al tambor de resuspensión 330 del paso de resuspensión 325 n ésimo-1
 30 (concretamente, a través de la corriente 476 cuando $n \geq 2$).

[0064] En el paso de resuspensión final 345 , se alimentan la torta de filtro 428 del paso de resuspensión intermedio precedente 325 y un diluyente de resuspensión 472 a un tambor de resuspensión 350 a través de una corriente 448 . Se alimenta entonces un efluente de resuspensión 452 del tambor de resuspensión 350 a una unidad
 35 de separación 360 (preferiblemente una columna de lavado o una centrífuga), formando una corriente de producto 456 y un filtrado 468 . Preferiblemente, se recicla una porción del filtrado 468 al tambor de resuspensión 350 como diluyente de resuspensión 472 (calentado, por ejemplo, por un calentador de resuspensión 474), y se recicla una porción 476 del filtrado 468 posteriormente al paso de resuspensión 325 intermedio precedente como contribución al diluyente de resuspensión 440 . Se usa preferiblemente un calentador 370 para fundir cualquier cristal de
 40 componente de producto restante en la corriente de producto 456 . Se recicla preferiblemente una porción de la corriente de producto fundido 456 a la unidad de separación 360 como un líquido de lavado 460 , y se extrae una porción como corriente de producto final 464 que es una corriente de componente de producto líquido purificado.

[0065] La Figura 3 ilustra una realización adicional de la divulgación que incluye un proceso de cristalización
 45 multietapa 500 . El proceso 500 incluye una disposición en serie de al menos dos pasos de cristalización, por ejemplo un primer paso de cristalización 505 seguido por un segundo paso de cristalización 525 en conexión con columnas de filtro para recuperar el componente de producto sólido (cristalino) de la alimentación multicomponente líquida (p.ej., para separar y purificar el para-xileno de orto-xileno, meta-xileno y/o etilbenceno). El primer paso de cristalización 505 incluye un cristizador 510 y una unidad de separación 520 . De forma similar, el segundo paso de
 50 cristalización 525 incluye un cristizador 530 y una unidad de separación 540 . Al menos una de las unidades de separación 520 y 540 es una columna de filtro. La otra podría ser una columna de filtro o podría ser algo diferente de una columna de filtro, tal como una columna de lavado o una centrífuga.

[0066] De forma similar a la realización de la Figura 1, el proceso de purificación y recuperación del
 55 componente de producto empieza alimentando una corriente de alimentación líquida 604 al cristizador 510 . La corriente de alimentación líquida 604 incluye un componente de producto líquido y un componente secundario líquido, teniendo el componente de producto líquido un punto de fusión mayor que el del componente secundario líquido. De forma similar al cristizador 110 , el cristizador 510 funciona a una temperatura suficiente para cristalizar al menos una porción del componente de producto líquido de la corriente de alimentación líquida 604 ,

formando un efluente de suspensión 608 que incluye tanto cristales de componente de producto como el componente secundario líquido.

[0067] Se alimenta entonces el efluente de suspensión 608 a la columna de filtro 520 para separar al menos parcialmente los cristales de componente de producto y el componente secundario líquido del efluente de suspensión 608, formando una torta de filtro 612 y un filtrado 616. La torta de filtro 612 es predominantemente una torta sólida de cristales de componente de producto. Preferiblemente, se recuperan sustancialmente todos los cristales de componente de producto del efluente de suspensión 608 en la torta de filtro 612, y la torta de filtro 612 tiene una concentración en peso del componente de producto (concretamente incluyendo líquido y sólidos) mayor que la del filtrado 616. La torta de filtro 612 puede extraerse del proceso 500 en forma de una corriente de producto o purificarse adicionalmente si se desea. El filtrado 616 es predominantemente una corriente líquida del componente secundario líquido, y preferiblemente se recupera sustancialmente todo el componente secundario líquido del efluente de suspensión 608 en el filtrado 616. Sin embargo, el filtrado 616 puede incluir componente de producto líquido y/o cristales de componente de producto.

[0068] En el segundo paso de cristalización 525 (y cualquier otro paso de cristalización subsiguiente), la corriente de alimentación líquida incluye el filtrado del paso de cristalización precedente anterior. Por tanto, como se ilustra, se alimenta el filtrado 616 al cristizador 530, formando un efluente de suspensión 620 que se separa en la columna de filtro 540 en una torta de filtro 624 y un filtrado 628.

[0069] El beneficio de usar una columna de filtro en lugar de una centrífuga en la disposición en serie de cristalizadores (o en las realizaciones de cristalización/resuspensión descritas anteriormente) es que la columna de filtro aporta significativamente menos energía (calor) al filtrado que la centrífuga. Específicamente, la acción mecánica de la centrífuga durante la separación confiere energía térmica a los cristales de componente de producto, causando que se funda una porción de los cristales y reduciendo así el rendimiento recuperado de los cristales de componente de producto en la torta de filtro de centrífuga. En contraposición, se genera poco o ningún calor durante la operación normal de una columna de filtro, impidiendo así la pérdida por fusión y mejorando el rendimiento recuperado de los cristales de componente de producto. Además, y como se explica con detalle anteriormente, se ha encontrado que ciertas etapas de separación (que utilizan columnas de filtro, por ejemplo) que funcionan bajo condiciones divulgadas en la presente memoria en procesos de fabricación de para-xileno, limitan ventajosa y deseablemente el acceso de oxígeno molecular a diversas corrientes de proceso.

[0070] La Figura 4 ilustra una realización adicional más de la divulgación, que incluye un proceso de separación de sólido-líquido multietapa 700. El proceso 700 incluye una disposición de una centrífuga 710 seguida en serie por una columna de filtro 720. En esta realización adicional, la columna de filtro 720 puede aumentar la recuperación de sólidos que de otro modo podrían perderse en una corriente de filtrado de centrífuga.

[0071] En la Figura 4, se alimenta una alimentación de suspensión 804 que incluye un líquido y sólidos dispersados a la centrífuga 710 (p.ej., una centrífuga de tamiz). La centrífuga 710 separa al menos parcialmente los componentes de la alimentación de suspensión 804, formando las tres siguientes corrientes de salida: una torta de centrífuga 808 que incluye el líquido y más de un 50 % en peso de sólidos dispersados, un filtrado bajo en sólidos 812 que incluye aproximadamente un 5 % en peso o menos de sólidos dispersados y un filtrado rico en sólidos 816 que incluye el líquido y de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 50 % en peso (p.ej., al menos aproximadamente un 10 % en peso) de sólidos dispersados. Se alimenta entonces el filtrado rico en sólidos 816 a la columna de filtro 720, formando una torta de columna de filtro 820 que incluye los sólidos dispersados y un filtrado de columna de filtro 824 que incluye el líquido. La torta de columna de filtro 820 tiene una concentración en peso de sólidos dispersados mayor que la del filtrado de columna de filtro 824.

[0072] Generalmente, la torta de centrífuga 808 y la torta de columna de filtro 820 pueden extraerse como una corriente de producto y hacerse circular para procesamiento adicional (p.ej., purificación, fusión, almacenamiento). El filtrado bajo en sólidos 812 y el filtrado de columna de filtro 824 pueden extraerse como corrientes de desecho o procesarse adicionalmente. Por ejemplo, cuando se aplica la realización de la Figura 4 a un proceso para la separación y purificación de para-xileno (concretamente, los sólidos dispersados son cristales de para-xileno y el líquido es una mezcla de hidrocarburos C_8 , incluyendo para-xileno líquido), los filtrados 812 y 824, que son relativamente pobres en para-xileno, pueden enviarse a una unidad de isomerización para generar para-xileno adicional y reciclarse entonces a un proceso de separación/purificación (p.ej., como se describe anteriormente).

[0073] Se incorpora al proceso divulgado (y las diversas realizaciones del mismo) la comprensión por los

especialistas en la materia del equipo y controles de procesamiento adecuados necesarios para llevar a cabo el proceso. Tal equipo de procesamiento incluye, pero sin limitación, tuberías, válvulas, equipo de operaciones unitarias (p.ej., recipientes de reactor con entradas y salidas apropiadas, intercambiadores de calor, unidades de separación, etc.), equipos de control de proceso asociados y equipos de control de calidad apropiados. Además, los especialistas en la materia deberían entender fácilmente que de las operaciones unitarias principales descritas en la presente memoria tales como, por ejemplo en la Figura 1, pueden llevarse a cabo las siguientes con equipos similares en paralelo: unidades de separación 120, 140 y 160; calentadores 170, 242 y 274 y tambores de resuspensión 130 y 150. Se especifica en la presente memoria otro equipo de procesamiento, especialmente cuando se prefiere particularmente.

EJEMPLOS

[0074] Se proporcionan los siguientes ejemplos para ilustrar la invención, pero no pretenden limitar el alcance de la misma

Ejemplo 1

[0075] Se realizaron pruebas en las corrientes de alimentación de suspensión y salida de componente secundario líquido del filtrado de diferentes separadores de sólido-líquido para medir el efecto de los separadores sobre el contenido de oxígeno molecular de las corrientes de proceso de separador. Se realizaron las medidas de oxígeno con un analizador de oxígeno de ORBISPHERE modelo 2611E (disponible en Hach Ultra, Ginebra, Suiza), que se calibró usando aire que tiene un contenido de oxígeno de 20,9 %. Se calentaron las muestras a 25 °C antes de la medida de oxígeno, y se usó en todas las pruebas un sistema de muestra cerrado (concretamente, completamente aislado del oxígeno atmosférico).

[0076] Se ensayó una columna de filtro que usa nitrógeno como fluido de desplazamiento y que funciona como unidad de separación de primer paso (concretamente, análoga a la unidad de separación 120 en la Figura 1) en un proceso de purificación de para-xileno. Se analizaron en la alimentación de suspensión de columna de filtro y el filtrado el contenido de oxígeno molecular durante un periodo de aproximadamente un día. Durante el periodo de prueba, los datos (resumidos en la Tabla 1) indican que no había acceso de oxígeno a la columna de filtro. Los datos indican que la columna de filtro arrastraba parte del oxígeno que estaba presente en la alimentación, de modo que el componente secundario líquido del filtrado de columna de filtro tenía un nivel de oxígeno menor que la alimentación. Específicamente, la alimentación contenía aproximadamente 1,5 partes por millón (ppm) en peso de oxígeno, mientras que el componente secundario líquido del filtrado contenía menos de aproximadamente 0,4 ppm de oxígeno. El contenido relativamente bajo de oxígeno del componente secundario líquido del filtrado hace al componente secundario líquido del filtrado particularmente adecuado para reciclar a una unidad de isomerización para producción adicional de para-xileno. Las medidas de presión de la columna de filtro se registraron en unidades de libras por pulgada cuadrada manométricas (psig), obviando así la necesidad de registrar la presión atmosférica/ambiental.

Tabla 1 – Contenido de oxígeno molecular de corrientes de columna de filtro y presiones operativas de columna de filtro

Tiempo de medida	O ₂ en columna de filtro (ppm)		Presión de columna de filtro (psig)		
	Alimentación	Filtrado	Entrada de alimentación de suspensión	Entrada de N ₂	Salida de filtrado y N ₂
0,00 horas	1,84	0,38	~150	~50	~2,5
19,67 horas	1,41	0,30	~100	~40	~2
25,25 horas	1,37	0,30	~100	~55	~2

[0077] Como comparación, se ensayó también una centrífuga convencional que funciona como unidad de separación de primer paso (concretamente, análoga a la unidad de separación 120 en la Figura 1) en un proceso de purificación de para-xileno. Se analizaron en la alimentación de suspensión y el filtrado de dos centrífugas el contenido de oxígeno molecular. Las centrífugas de alta velocidad convencionales permiten el acceso de oxígeno al proceso, tanto en operación en estado estacionario como cuando se abren periódicamente a la atmósfera para mantenimiento y reparación. En contraposición con la columna de filtro, los datos (resumidos en la Tabla 2) ilustran que se introduce oxígeno en centrífugas convencionales. Específicamente, el contenido de oxígeno aumenta de 0,15 ppm en la alimentación de centrífuga a más de aproximadamente 0,7 ppm (p.ej., de aproximadamente 0,8 ppm a aproximadamente 1,5 ppm) en el filtrado de centrífuga. Debido a que el contenido de oxígeno del filtrado aumenta respecto al de la columna de filtro, alimentar el filtrado de centrífuga a una unidad de isomerización para la

producción de para-xileno sin etapas de proceso adicionales para reducir el contenido de oxígeno podría dar como resultado una coquización y/u obstrucción significativas de la unidad de isomerización y su precalentador.

Tabla 2. Contenido de oxígeno molecular de corrientes de centrífuga

Nº de centrífuga	O ₂ en alimentación de centrífuga (ppm)	O ₂ en filtrado de centrífuga (ppm)
1	0,15	0,76
2	0,15	1,51

5

Ejemplo 2

[0078] Se simuló un proceso de cristalización/doble resuspensión para la purificación de para-xileno (concretamente como se ilustra en la Figura 1) para comparar las eficacias de proceso asociadas al uso de unidades de separación de columna de filtro en lugar de centrífugas. La Tabla 3 presenta información del balance de masas para el proceso de la Figura 1 en que las unidades de separación 120 y 140 son ambas columnas de filtro y la unidad de separación 160 es una columna de lavado. La Tabla 4 presenta información del balance de masas para el proceso de la Figura 1 en que todas las unidades de separación 120, 140 y 160 son centrífugas. En las Tablas 3 y 4, el "número de corriente" hace referencia a las corrientes marcadas en la Figura 1. La entrada de "composición" incluye la contribución de componente dada por cualquier fase sólida y/o líquida presente en la corriente. La entrada de composición de "otros C₈" incluye orto-xileno, meta-xileno, etilbenceno y cualquier otro hidrocarburo alifático y aromático residual. Cada proceso produce generalmente corrientes de pureza creciente de para-xileno en cada salida de paso (hasta, por ejemplo, una pureza de para-xileno de un 99,9 % en peso en la corriente 264 en el proceso de columna de filtro) y produce una corriente de filtrado 216 relativamente rica en meta-xileno, orto-xileno y etilbenceno.

Tabla 3 – Proceso de purificación de para-xileno usando columnas de filtro

Número de corriente	296	216	264	292
Temperatura (°F)	97,5	74,6	80,0	
Caudal (lb/h)				
Corriente neta	710,9	610,9	100,0	130,4
p-xileno	148,6	48,9	99,9	23,2
Composición (% en peso)				
p-xileno	20,9	8,0	99,9	17,8
Otros	79,1	92,0	0,1	82,2

Tabla 4 – Proceso de purificación de para-xileno usando centrífugas

Número de corriente	296	216	264	292
Temperatura (°F)	97,5	73,1	80,0	
Caudal (lb/h)				
Corriente neta	732,3	632,3	100,0	130,7
p-xileno	153,1	53,1	99,85	23,3
Composición (% en peso)				
p-xileno	20,9	8,4	99,85	17,8
Otros	79,1	91,6	0,15	82,2

25

[0079] Los valores enumerados en las Tablas 3 y 4 se calcularon basándose en 100 lb/h de para-xileno producido en la corriente de producto final 264 basado en principios de balance de material. El reparto de las corrientes de alimentación a las diversas unidades de separación de sólido-líquido 120, 140 y 160 puede determinarse (y se hizo) basándose en la fracción en peso prescrita de sólidos que pasan a la torta de filtro y el filtrado por cada unidad de separación. La formación de sólidos (concretamente, debido a la cristalización de para-xileno) en el cristizador 110 y los tambores de resuspensión 130 y 150 está basada en la suposición de equilibrio térmico.

[0080] La Tabla 5 presenta una comparación de las propiedades de proceso globales entre el proceso en columna de filtro (Tabla 3) y el proceso en centrífuga (Tabla 4). Como parámetros de eficacia de proceso, "pureza" hace referencia a la concentración de para-xileno en la corriente de producto final 264, "recuperación" hace referencia a la cantidad de para-xileno en la corriente de producto final 264 respecto a la cantidad de para-xileno en la alimentación del paso de cristalización 296, y "rendimiento" hace referencia a la cantidad de para-xileno en la corriente de producto final 264 respecto a la cantidad de hidrocarburos en la alimentación de xileno mixta 292. La

“alimentación de unidad de isomerización” hace referencia a la cantidad total de hidrocarburos alimentados a la unidad de isomerización 180 a través del filtrado 216 por unidad de para-xileno producido en la corriente de producto final 264. El “trabajo de cristalización” indica el trabajo de enfriamiento para la operación unitaria de cristizador. Tanto la “alimentación de unidad de isomerización” como el “trabajo de cristizador” son valores adimensionales normalizados por la alimentación/trabajo calculado para el caso de centrífuga. Las temperaturas eutécticas binarias relevantes para las composiciones que se alimentan al cristizador 110 se indican también en la Tabla 5.

Tabla 5 – Comparación de procesos de purificación de para-xileno

Parámetro de proceso		Columna de filtro	Centrífuga	% de diferencia
Eficacia de para-xileno	(% en peso)			
	Pureza de para-xileno	99,9	99,85	
	Recuperación de para-xileno por paso	67,2	65,2	
	Rendimiento de para-xileno	76,6	76,4	
Alimentación de unidad de isomerización	(-)	0,966	1,000	-3,4 %
Trabajo de cristizador	(-)	0,973	1,000	-2,7 %
Eutéctico binario	(°F)	-90,9	-90,9	

10 **[0081]** Los datos de la Tabla 5 indican las ventajas de proceso de usar columnas de filtro y lavado en un proceso de purificación de para-xileno de acuerdo con las condiciones de proceso divulgadas en la presente memoria, en comparación con un proceso similar que usa tecnología de separación de sólido-líquido por centrífuga convencional. En general, el proceso de columna de filtro que funciona bajo las condiciones divulgadas en la presente memoria (p.ej., el proceso de columna de filtro) es más eficaz, dando como resultado una mayor pureza, recuperación y rendimiento del producto final para-xileno. El proceso de columna de filtro reduce significativamente también el trabajo impuesto a la unidad de isomerización 180. La concentración de para-xileno del filtrado 216 es mayor para el proceso de centrífuga en un 0,4 % en peso de para-xileno, lo que significa que no se recupera una fracción mayor de para-xileno y se recicla innecesariamente en el proceso de centrífuga (concretamente, se recicla aproximadamente un 8,6 % más de para-xileno en comparación con el proceso de columna de filtro). Esta pérdida puede estar causada, por ejemplo, por el calor mecánico generado en una centrífuga que puede fundir parte del para-xileno sólido cristalizado en el cristizador 110, dando como resultado que una porción de para-xileno pase al filtrado 216 en lugar de recuperarse en la torta de filtrado 212. Un caudal reducido de material reciclado a la unidad de isomerización 180 cuando se usan columnas de filtro (concretamente una reducción de un 3,4 %) bajo las condiciones divulgadas en la presente memoria, da como resultado costes operativos reducidos para la unidad de isomerización 180. El proceso de columna de filtro es también más eficaz energéticamente, teniendo un menor trabajo de refrigeración de cristizador (concretamente, una reducción de un 2,7 %). Estas eficacias superan cualquier ineficacia concomitante al hecho de que una columna de filtro produce en general una torta de producto más húmeda en comparación con una centrífuga.

30 **[0082]** Debido a que resultarán evidentes para los especialistas en la materia otras modificaciones y cambios variados para ajustarse a requisitos y entornos operativos particulares, la invención no ha de considerarse limitada al ejemplo elegido con fines de divulgación, y cubre todos los cambios y modificaciones que no constituyan desviaciones del alcance de esta invención.

35 **[0083]** Por consiguiente, la descripción anterior se da por claridad de comprensión solo, y no deberían entenderse a partir de ella limitaciones innecesarias, ya que pueden ser evidentes para los especialistas en la materia modificaciones dentro del alcance de la invención.

40 **[0084]** A lo largo de la memoria descriptiva, cuando las composiciones, procesos o aparatos se describe que incluyen componentes, etapas o materiales, se contempla que las composiciones, procesos o aparatos puedan también comprender, consistir esencialmente en o consistir en cualquier combinación de los componentes o materiales indicados, a menos que se describa otra cosa. Está contemplado que las combinaciones de componentes incluyan mezclas homogéneas y/o heterogéneas, como se entendería por un especialista en la materia a la vista de la divulgación anterior.

45

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la producción de un producto cristalizado, comprendiendo el proceso efectuar dos o más procesos de paso de cristalización en serie, en el que:
- 5 (a) cada proceso de paso de cristalización comprende:
- (i) cristalizar una corriente de alimentación líquida, comprendiendo la corriente de alimentación un componente secundario líquido y un componente de producto líquido que tiene un punto de fusión mayor que el del componente secundario líquido, en un cristizador que funciona a una temperatura suficiente para cristalizar al menos una
- 10 porción del componente de producto líquido, formando un efluente de suspensión que comprende cristales de componente de producto y el componente secundario líquido; y
- (ii) separar al menos parcialmente los cristales de componente de producto y el componente secundario líquido del efluente de suspensión en una unidad de separación seleccionada del grupo consistente en una columna de filtro, una columna de lavado y una centrífuga, formando (A) un filtrado que comprende el componente de producto líquido
- 15 y el componente secundario líquido y (B) una corriente de producto enriquecida que comprende los cristales de componente de producto;
- (b) la corriente de alimentación líquida para cada paso de cristalización distinto del primer paso de cristalización comprende el filtrado del paso de cristalización precedente anterior; y
- 20 (c) la unidad de separación en al menos uno de los pasos de cristalización es una columna de filtro.
2. Un proceso según la reivindicación 1, en el que el componente de producto líquido comprende para-xileno.
- 25 3. Un proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el componente secundario líquido comprende orto-xileno, meta-xileno y/o etilbenceno.
4. Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la columna de filtro
- 30 funciona en condiciones que impiden el acceso de oxígeno molecular al proceso.
5. Un proceso según la reivindicación 4, en el que una de las condiciones es una presión operativa de la etapa de separación que es de 3,45 kPa a 206,84 kPa (de 0,5 libras por pulgada cuadrada (psi) a 30 psi) superior a la presión ambiental.
- 35 6. Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además la etapa de convertir al menos una porción del componente secundario líquido del filtrado en el componente de producto líquido en un reactor químico.
- 40 7. Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el último paso de cristalización comprende una columna de lavado.

FIG. 1

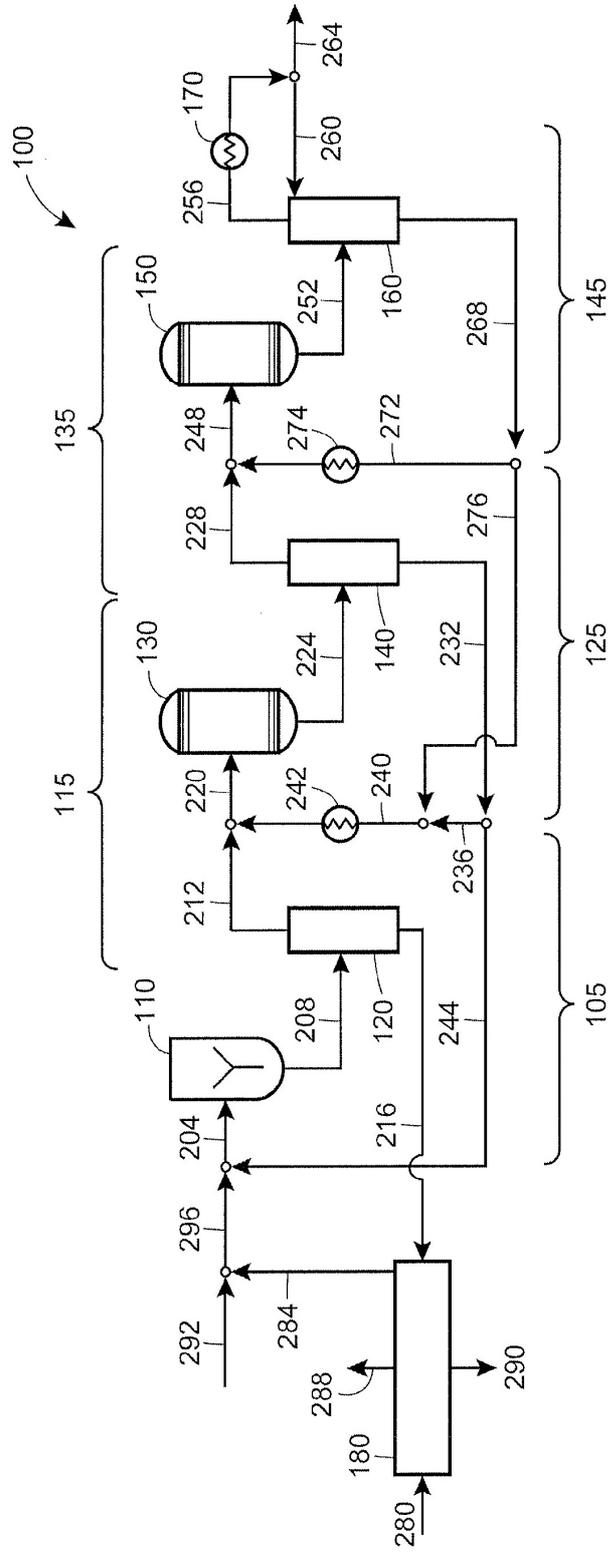


FIG. 2

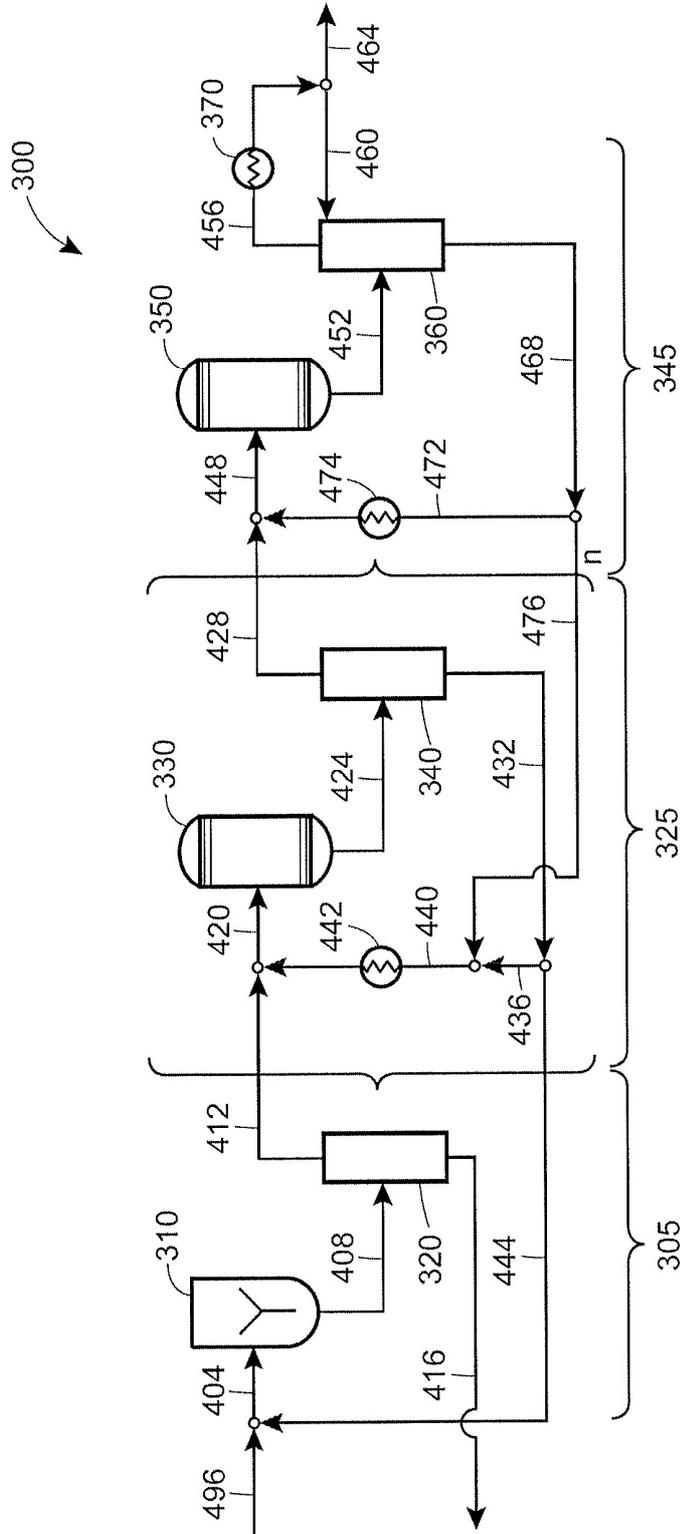


FIG. 3

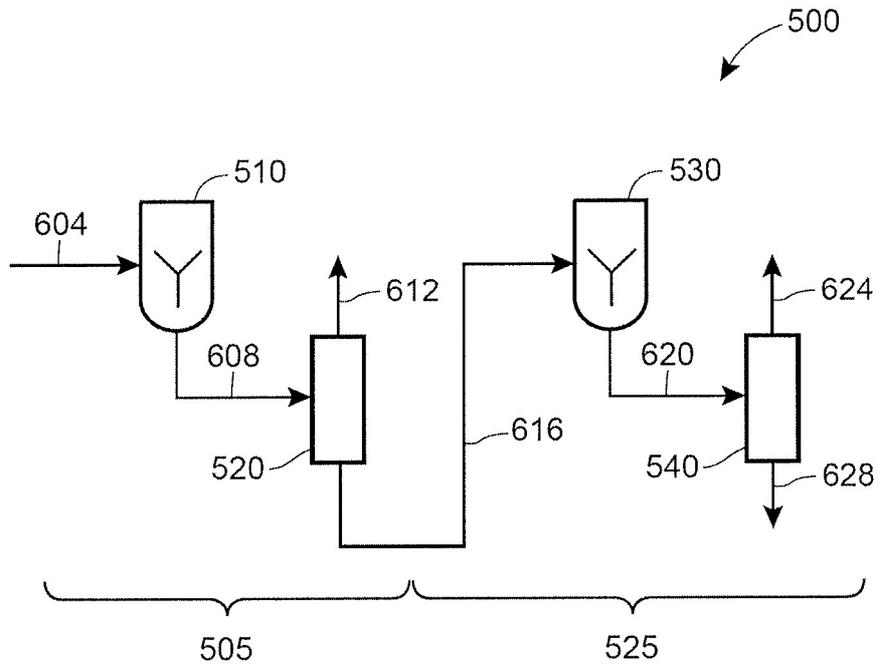


FIG. 4

