

Patente Española

de Introducción

1911

MEMORIA

descriptiva sobre "Un procedimiento continuo de deshidratación de ácidos grasos volátiles."

POR

Société Anonyme des Distilleries des Deux-Sèvres

DE

Poitiers.

(Deux-Sèvres)

Francia



Ya es sabido que las soluciones acuosas, aun las mas diluidas de determinados ácidos grasos volátiles tienen la propiedad de dar cuando se las calienta hasta la ebullición, vapores en los que el contenido o porcentaje en ácido está muy lejos de ser negligible con relacion al de la mezcla inicial. Esto ocurre, por ejemplo, con el ácido propiónico o metacetónico, cuyas soluciones acuosas diluidas emiten vapores cuya graduación de ácido es sensiblemente igual a la del líquido residuario. Además la extracción del ácido propiónico, por destilación de sus soluciones acuosas, no es en sí prácticamente realizable mas que operando en presencia de determinados líquidos de arrastre, que tienen la propiedad de formar con el agua mezclas de punto de ebullición mínimo, siendo dichas mezclas denominadas aceotrópicas. Ya es sabido que en éstas condiciones, se puede llegar a una deshidratación perfecta; no obstante si se desea llevar a cabo un tratamiento industrial de soluciones análogas relativamente diluidas, la destilación pura y sencilla en presencia de un líquido de arrastre, no seria siempre ventajosa con relación a otros procedimientos químicos de deshidratación.

El presente invento tiene por objeto un procedimiento y el conjunto de aparatos que permiten aumentar la potencia, y rapidez del método de deshidratación por destilación en presencia de líquidos de arrastre, de manera que se pueda competir industrialmente, en casi todos los casos, con los demás procedimientos basados en principios diferentes.

Este procedimiento consiste en efectuar la deshidratación en dos fases. En la primera fase se utiliza un líquido de arrastre (o una mezcla de líquidos de arrastre) que tenga un punto de ebullición relativamente elevado, para que forme una mezcla binaria muy rica en agua de manera que se pueda elimi-



nar la mayor parte del agua con un escaso consumo de vapor.

En la segunda fase se utiliza un líquido de arrastre de punto de ebullición mas bajo, de manera que se pueda separar fácilmente por destilación del ácido anhídrido obtenido.

El conjunto de aparatos comprende dos columnas de destilación distintas, solidarias o no una de otra; la primera utiliza el cuerpo de arrastre de punto de ebullición elevado, y la otra el cuerpo de arrastre que tenga el punto de ebullición menos elevado, yendo provista cada una de las columnas de los órganos esenciales siguientes: condensador, refrigerante, decantador y calentador por superficie.

Los ejemplos que se citan a continuación, con relación al adjunto dibujo que representa el aparato, permitirán comprender la manera en que se realiza el invento.

EJEMPLO 1.- Deshidratación de una solución de ácido acético al 10%:

El ácido contenido en el tanque o cuba de nivel constante B llega por el tubo m_1 gobernado por la llave r_1 a derramarse sobre los platillos superiores de una columna C_1 . Los platillos de ésta columna habrán sido cargados primeramente, y de una vez para siempre, de una cantidad conveniente de xileno. Se procede al calentamiento de la parte inferior o base de la columna C_1 por medio de un serpentín de vapor S_1 . Los vapores son analizados sobre los platillos, como sucedē en los casos ordinarios, condensándose dichos vapores en el refrigerante F_1 . El líquido obtenido es enviado al decantador D_1 donde se separa en dos capas; la capa superior, formada por xileno que contiene indicios de agua y de ácido acético, es enviada al vértice o corona de la columna C_1 por medio del tubo m_1 .

La capa inferior está constituida por agua que contiene una muy escasa cantidad de ácido acético. Se elimina dicho cuerpo por el tubo de evacuación O_1 , gobernado por el



grifo r'_1 .

Si la cantidad de ácido arrastrada en la capa inferior se estimase que es demasiado grande se podrá reducir con facilidad, bien sea por retrogradación al tubo n_1 de una fracción de la capa inferior producida, o bien por adición de una pequeña cantidad de agua pura.

El ácido acético que va vertiéndose de platillo en platillo se deshidrata; se lleva la destilación de manera que permanezca el líquido de arrastre en la zona superior de la columna, donde forma una mezcla binaria de agua-xileno cuyo punto de ebullición llega a unos 91° , separándose fácilmente del líquido ácido parcialmente deshidratado que sale por la parte inferior de la columna. La destilación solo acarrea una escasa cantidad de ácido en la cabeza de la columna, siendo el ácido que es tratado en los platillos superiores de concentración mínima.

Unos termómetros que van escalonados a lo largo de la columna permiten gobernar en todo momento hasta donde debe descender el líquido de arrastre.

La adición de xileno puede hacerse por medio del tubo de llegada p_1 y su evacuación por medio del tubo q_1 gobernada por la llave o grifo X_1 . Una vez que se ha cargado la columna normalmente, queda dispuesta para tratar una cantidad ilimitada de ácido, sirviendo el mismo xileno indefinidamente para la extracción del agua.

El ácido acético concentrado que llega a la parte baja de la columna C_1 se derrama por el aliviadero T_1 en la columna C_2 . Una llave o grifo R permite regular en todo momento el grado de concentración del ácido producido.

La columna C_2 en la que los platillos han sido cargados de antemano y de una vez para siempre, de benceno, fun-



ciona absolutamente de la misma manera que la columna C_1 . Siendo el punto de ebullición del benceno relativamente poco elevado, se separa fácilmente del ácido acético anhidro y da una mezcla binaria de agua y benceno cuyo punto de ebullición de 69° , permite la obtención de segundas aguas escasamente aciduladas a pesar de la gran concentración de líquido que alimenta la columna C_2 .

Unos termómetros escalonados, a lo largo de la columna, permiten regular la carga de benceno de manera conveniente. En la base o parte inferior, calentada por el serpentín S_2 , se mantiene una temperatura suficiente, con objeto de no dejar en el producto acabado el menor indicio de líquido de arrastre. La extracción del ácido acético se puede hacer en estado líquido o de vapor.

EJEMPLO II.- Deshidratación de una solución acuosa de ácido fórmico al 10% .

Se emplea un aparato que sea en todas sus partes exactamente igual al del ejemplo anterior. En la columna C_1 se podrá emplear el formiato de butilo, como líquido de arrastre, y en la columna C_2 una esencia de petroleo refinado cuyo punto de ebullición oscila entre $75^\circ-80^\circ$.

EJEMPLO III.- Deshidratación de una solución acuosa de ácido acrílico al 10% .

En éste caso debe utilizarse un aparato exactamente igual al empleado en el ejemplo N.º 1. En la columna C_1 se podrá emplear un disolvente, nafta, como líquido de arrastre, y en la columna C_2 el cloruro de butilo normal de unos 77° de ebullición.

Es preciso hacer notar, que la deshidratación perfecta de los ácidos grasos volátiles realizada por medio del conjunto de aparatos del procedimiento anteriormente descrito, permite,



en la mayoría de los casos, obtener durante el curso de la operación una eliminación fácil de ciertas impurezas, estando éstas generalmente formadas por otros ácidos grasos.

1º. Si se trata de impurezas cuyo punto de ebullición es mas elevado que el del ácido tratado, basta con extraer éste (ya sea en estado de vapor o de líquido) por algunos plattillos por encima de la base o plataforma de la segunda columna, en la cual se van acumulando éstas impurezas que se extraen de una manera continua.

2º. Si se trata de impurezas de un punto de ebullición menos elevado que el del ácido tratado, se procede a la separación de éstas impurezas en una columnita accesoria de tipo ordinario, dispuesta a continuación del tubo T₂ de evacuación de la columna C₂.

3º. Si se trata de las dos clases de impurezas, simultáneamente, se yuxtaponen los dos modos de purificación, indicados anteriormente, Esto ocurrirá, por ejemplo, en el caso de ácido acético que contenga ácido fórmico y ácido butírico como impurezas.

N O T A.

Habiendo ya descrito y detallado con toda amplitud la naturaleza de nuestro invento así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, debemos hacer constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones en sus dimensiones y detalles sin que por ello se altere el principio fundamental del invento, y lo que constituye la esencia de dicho invento y por lo que solicitamos patente de introducción por cinco años en España es por:

" Un procedimiento continuo de deshidratación de ácidos grasos volátiles"; caracterizándose por lo siguiente:

1º. Por el hecho de que consiste en destilar soluciones



acuosas de ácidos grasos volátiles en presencia de líquidos poco solubles o insolubles en agua, llamados líquidos de arrastre los cuales tienen la propiedad de formar con el agua mezclas binarias de punto de ebullición mínimo, consistiendo la particularidad del procedimiento en que se efectúa una primera destilación con un líquido de arrastre de punto de ebullición relativamente elevado, que forma una mezcla azeotrópica binaria, rica en agua, siendo ésto lo que permite deshidratar muy rápidamente la solución inicial diluida, yendo ésta primera destilación seguida de una segunda destilación con un líquido de arrastre de un punto de ebullición relativamente poco elevado, convenientemente elegido, de manera que de lugar a una fácil separación con el ácido completamente deshidratado y forme una mezcla binaria que contenga poco ácido, sirviendo ésta segunda destilación para que se acabe de deshidratar el líquido que proviene de la primera destilación.

2º. En el caso de que el ácido tratado contenga determinadas impurezas, su eliminación del líquido que es evacuado de la segunda destilación y que ya no contiene indicios de agua, bien sea por la extracción sobre un platillo conveniente, o bien por la adición de una columnita accesoria.

3º. Los líquidos de arrastre utilizados pueden ser cuerpos puros o mezclas bien elegidas, según la naturaleza del ácido graso a deshidratar.

4º. El emplear para la realización del procedimiento especificado en la reivindicación 1ª un aparato que comprende dos columnas distintas, solidarias o no, provistas de órganos esenciales, a saber: condensadores, decantadores, calentadores por superficies sirviendo las dos columnas para efectuar, respectivamente, las dos destilaciones del procedimiento.

"Un procedimiento continuo de deshidratación de



"ácidos grasos volátiles" tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los dibujos que se acompañan.

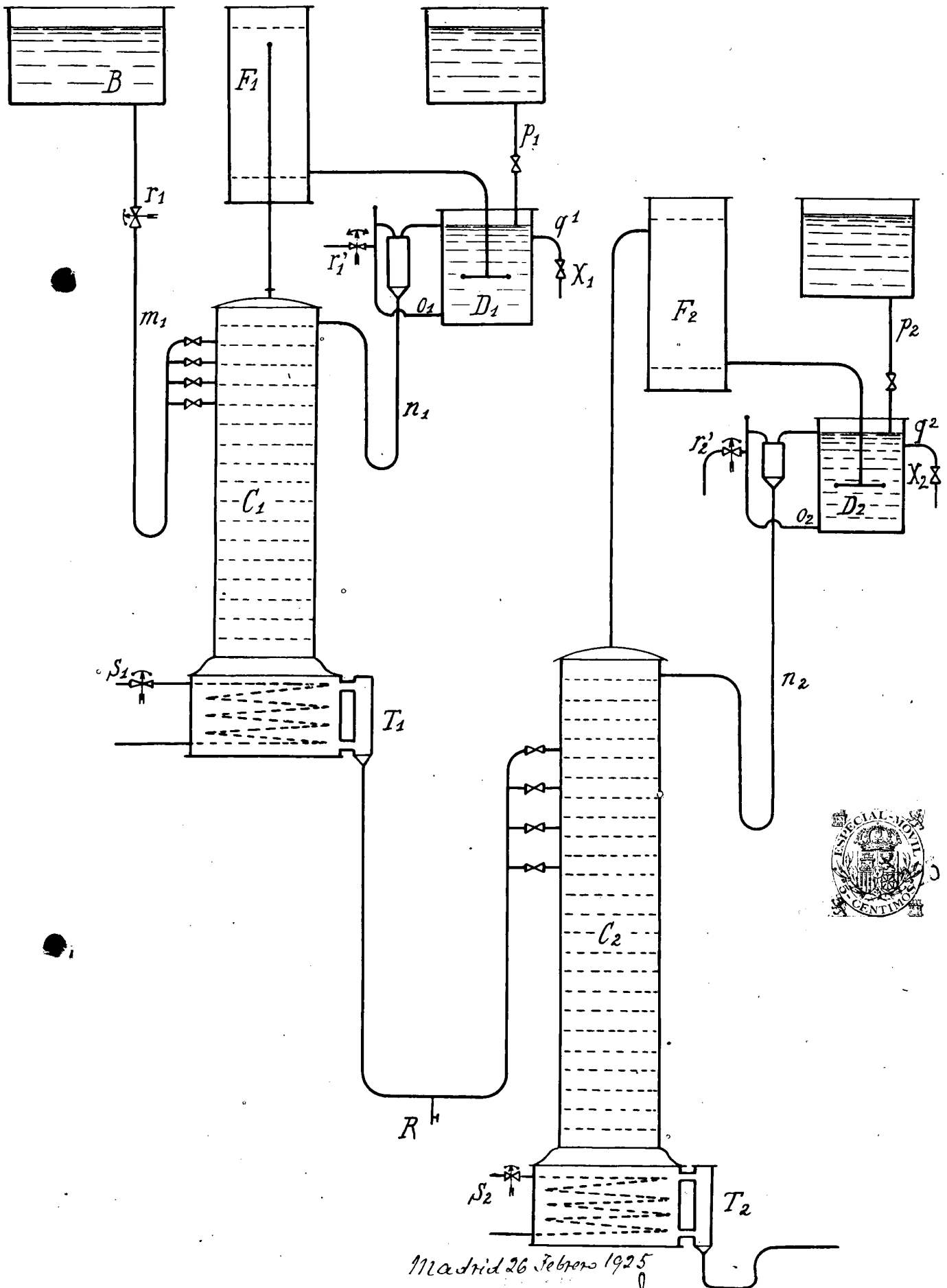
Esta memoria consta de siete hojas escritas por una sola cara.

Madrid 26 de Febrero de 1925.

Société Anonyme des Distilleries des Deux-Sevres.

P. P.

Por Poder
de SANTIS L. CEREZO



Madrid 26 Febrers 1925

J. Guzman