

1041.687

Patente Española

MEMORIA

descriptiva sobre "Mejoras en el tratamiento de los ácidos alifáticos inferiores."

POR

Henry Dreyfus.

DE

London,

Inglaterra.



- 1 -

El presente invento se refiere a perfeccionamientos en la fabricación de ácidos alifáticos inferiores concentrados, de sus soluciones, y en particular de sus soluciones diluidas de origen cualquiera y más especialmente todavía a la fabricación del ácido acético concentrado del ácido acético diluido, tal como el ácido piroleñoso en bruto, el ácido acético obtenido como producto residuario en los procesos de acetilación tales como la acetilación de la celulosa, el ácido de fermentación, etc...

Es conocido el procedimiento de extraer ácido acético diluido con ayuda de líquidos insolubles o relativamente insolubles en el agua, tales como el éter, el acetato de etilo, el benzol, el cloroformo, el cresol u otros fenoles o esencias de alquitrán de elevado punto de ebullición, etc...

Cuando se extrae el ácido acético de sus soluciones acuosas con disolventes tales como el éter, el acetato de etilo, el cloroformo y sus similares, se ha podido comprobar que solo puede obtenerse dicho ácido concentrado a un 70% debido al hecho de que el agua es soluble hasta cierto punto en dichos disolventes. En cambio, si se emplean líquidos tales como el benzol, el éter de petróleo u otras fracciones del petróleo, el aceite de antracena y sus análogos, es decir, líquidos en los que el agua es prácticamente insoluble, el rendimiento de la extracción es muy bajo. Por ejemplo, si se extrae una solución acuosa de ácido acético al 20 o 25% con éter de petróleo, tan solo llega a extraerse un 2 a 4% del ácido contenido en un principio en la solución acuosa, siendo esto debido al hecho de que el coeficiente de partición del éter de petróleo y agua con respecto al ácido acético es bajo. De donde resulta que el empleo de disolventes tales como la



bencina y el éter de petróleo es anti-económico, en razón a que se necesitan grandes cantidades de disolvente.

Se ha visto que si se emplea como medio de extracción una mezcla de un hidrocarburo, (preferentemente de un punto de ebullición bajo en comparación con el ácido), y de un disolvente para el ácido, el procedimiento resulta económico, produciéndose, además, un ácido acético mucho más concentrado de lo que hasta ahora ha podido obtenerse por medio de los disolventes solos, por ejemplo, un ácido acético de 90-95% y hasta de 100%. Así, por ejemplo, si se emplea una mezcla de éter y de éter de petróleo, se podrá obtener un ácido acético de 90-95% y hasta de 100%, por medio de los métodos de extracción ordinarios. Como quiera que en una mezcla semejante vá aumentando progresivamente la proporción de éter de petróleo en la misma medida aumenta la concentración del ácido acético obtenible.

Como hidrocarburos se podrán emplear las diferentes parafinas, en particular las fracciones del petróleo denominadas éter del petróleo, (cuyo punto de ebullición es de 40-70° C), la gasolina, (cuyo punto de ebullición es de 70-90° C) la kerosina, el benzol y sus homólogos, al paso que como disolventes se podrán emplear el éter de etilo, el cloroformo, las esencias de acetona, el cresol, etc... Preferentemente, el hidrocarburo empleado deberá hallarse en estado líquido a la temperatura de la extracción, es decir, no deberá ser de un punto de ebullición superior al 100% y es recomendable que sea líquido a la temperatura ordinaria.

Asimismo, como ejemplo concreto de mezclas que hallamos muy indicadas para los fines del presente procedimiento podemos citar el éter y el éter de petróleo, el cloroformo y el éter de petróleo o la gasolina, o las tres cosas; la esencia



de acetona, (con punto de ebullición de 90-100° C), y benzol del 90%; el cresol y las hidronaftalinas o el xileno del comercio, si bien desde luego el invento no se limita a ninguna de estas mezclas concretas.

Generalmente, desde el punto de vista económico hay una proporción inmejorable o indicadísima o una escala de proporciones indicadísimas para cada mezcla específica. Así, por ejemplo, tratándose del éter y del éter de petróleo, es evidente que no se podrá obtener un ácido de concentración máxima con mezclas en las que el éter de petróleo se halle presente, tan solo en reducidas proporciones, como hasta un 10% ni tampoco dará el procedimiento resultado desde el punto de vista económico si el éter se halla presente tan solo en pequeñas proporciones. Sin embargo, es cosa muy fácil de determinar, las proporciones o escala de proporciones más indicadas. Así, por ejemplo, con el éter y el éter de petróleo se puede lograr muy buenos resultados, tanto desde el punto de vista de la concentración del ácido obtenido, que como queda dicho puede ser de 90 a 95% y hasta de 100%, como del de la economía, con un medio extractor consistente en 30-45% de éter de petróleo y 70 o 55% de éter y sobre todo un medio que contenga 36 o 40% de éter de petróleo y 64 o 60% de éter.

El ácido acético podrá ser recuperado del producto de extracción mediante destilación fraccionada y con el fin de obtener una separación todo lo mejor posible, será preferible emplear un medio de extracción en el que los puntos de ebullición, tanto del disolvente como del hidrocarburo, estén todo lo más distanciados posible del ácido acético. Los puntos de ebullición del disolvente y del hidrocarburo podrán ser más bajos que el del ácido acético o ser ambos más altos



o el uno más bajo y el otro más alto, si bien lo más recomendable es emplear un hidrocarburo y un disolvente cuyos puntos de ebullición sean inferiores a 118° C.

La extracción podrá llevarse a cabo de una manera cualquiera conocida, por ejemplo, mezclando íntimamente el ácido y el medio de extracción dejándolos que se separen luego en capas, o efectuando la extracción en una columna mediante el empleo del principio de contra-corriente, en cuyo caso la columna podría ir guarnecida de un empaquetado apropiado. Si, como por lo general ocurre, el elemento o medio extractor es de menor peso específico que el ácido acuoso, éste último, se introducirá en la parte superior de la columna y el medio extractor por el fondo de ésta, haciéndose lo contrario si el medio extractor es de mayor peso específico. Bien sea el ácido o el medio extractor, o ambos, podrán ser introducidos en la columna, empleando irrigadores, toberas o sus similares. El producto de extracción puede ser enviado directamente al aparato destilatorio, y el calor de los vapores del ácido o del medio de extracción, según los casos, se podrá utilizar para calentar el producto de extracción antes de darle entrada en el alambique. El elemento extractor, después de separado el extracto es devuelto al sistema circulatorio.

Otro método de llevar a cabo la extracción consiste en introducir el reactivo de punto de ebullición más bajo bien sea el ácido o el medio extractor, en forma de vapor en el otro reactivo que todavía se halla en estado líquido, y en éste caso, cuando el medio extractor en estado o forma de vapor, será preferible emplear un disolvente y un hidrocarburo, cuyos puntos de ebullición no se diferencien demasiado, puesto que así se obtiene más fácilmente una mezcla de los dos vapores en las proporciones que se requiera. También



es potestativo hacer que el disolvente y el hidrocarburo se evaporen y se introduzcan separadamente en las debidas proporciones en el conducto que vá a parar al aparato de extracción.

La extracción con vapores podrá llevarse a cabo en un aparato columnario, introduciéndose el reactivo líquido, bien sea el ácido o el medio extractor por la parte superior en forma de irrigación o aspersion y hasta calentándolo de antemano, mientras que el reactivo en estado de vapor se introduce por el fondo. La torre o columna deberá llevar una guarnición o empaquetado de un material conveniente a fin de obtener una buena mezcla y hasta podrá llevar una camisa de calentamiento. En este caso también el producto extraido podrá ser enviado directamente al alambique de destilación fraccionada, y, si el ácido es el elemento de punto de ebullición inferior, el calor de sus vapores procedentes del alambique se podrá utilizar para calentar ácido recién diluido o para calentar el medio extractor, mientras que si es éste último el componente de punto de ebullición más bajo sus vapores podrán ser enviados directamente desde el aparato destilatorio a la columna de extracción para ser utilizados en la extracción de ulteriores cantidades de ácido diluido.

Damos a continuación un ejemplo demostrativo del invento, pero que no habrá en modo alguno de considerarse como limitativo.

EJEMPLO.= En una columna de extracción de gran altura se dispone en la parte del fondo un conducto de admisión para el fluido extractor constituido por la mezcla de éter de petróleo y de éter, consistiendo el conducto de admisión en un surtidor perforado por muchos agujeritos diminutos. Además,



en el fondo de la columna hay dispuesto un conducto de escape, graduado por medio de una llave para dar salida al ácido extraído. Hacia la extremidad superior de la columna de extracción vá dispuesto el tubo de entrada para el ácido acético acuoso a extraer, estando regulado dicho tubo por una válvula esférica, según la velocidad o intensidad de la extracción de ácido por el fondo. La región superior de la columna hace de cámara de separación para los líquidos mezclados y lleva una mirilla de observación y un aliviadero de nivel constante. El extracto, consistente en el ácido acético y los éteres mezclados, sacados de la parte superior de la columna de extracción es enviado a un tipo cualquiera usual de aparatos de fraccionamiento continuo. El ácido acético fuertemente concentrado es evacuado por la base de este aparato, y los éteres que salen por la parte superior del mismo se deberán condensar a la suficiente altura para ser cargados de nuevo en la base de la columna extractora por caída libre.

La extracción se lleva a cabo a la temperatura ordinaria. Al principio la columna de extracción se llena de ácido acético acuoso al 23% próximamente. Después, se da entrada a la provisión o carga de éteres mezclados procedentes de un depósito en carga y que contiene 70 partes en volúmenes de éter de etilo y 30 partes en volumen de éter de petróleo, (con un punto de ebullición de unos 40° C), y cuando las muestras del ácido extractado que se extraen del fondo de la columna revelan que dicho ácido es flojo hasta el punto de carecer de valor alguno, se da comienzo a la evacuación seguida o continua. El ácido extractado que se puede obtener por este procedimiento contiene menos de 1% de ácido acético. El ácido acético extractado que se saca del aparato puede ser recalentado para recuperar cualquier



cantidad de éter que pudiera contener antes de arrojarlo al desecho. El ácido acético fuertemente concentrado que se recoge del aparato de fraccionamiento continuo tiene una concentración de 90-95%. La mezcla de éteres procedentes del aparato de fraccionamiento, que como hemos dicho antes vuelve al sistema circulatorio vienen a tener 0.1% de ácido acético o menos aún.

Aun cuando se ha hecho la descripción de este invento principalmente en su aplicación a la concentración de ácido acético, puede tener aplicación a la concentración de soluciones de otros ácidos alifáticos inferiores, tales como el ácido propiónico.

N O T A .

Habiendo ya descrito y detallado con toda amplitud la naturaleza de mi 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 de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento. También se hace constar que dicho invento se refiere a la patente inglesa de fecha 30 de Noviembre de 1926, señalada con el n° 30.356, acogándose, por lo tanto, a los beneficios que concede el artº 16 de la Ley de Propiedad Industrial, referente al Convenio Internacional de 1883, modificado por el Acuerdo de la Conferencia de Bruselas de Diciembre de 1900 y lo que constituye la esencia de dicho invento y por lo que solicito patente de invención por veinte años en España, es por:

"Mejoras en el tratamiento de los ácidos alifáticos inferiores";

caracterizándose por lo siguiente:



1°.= Por un procedimiento que consiste en extraer las soluciones acuosas con un medio extractor que comprende un disolvente para el ácido y un hidrocarburo.

2°.= Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1ª en el que tanto el disolvente como el hidrocarburo tienen un punto de ebullición inferior al del ácido y preferentemente lo bastante inferior para facilitar la separación por destilación fraccionada.

3°.= Un procedimiento con arreglo a las reivindicaciones 1ª y 2ª, en el que se concentra una solución acuosa de ácido acético.

4°.= Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 3ª, en el que se emplea, como medio extractor, una mezcla de éter de petróleo y de éter de etilo.

5°.= Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 4ª, en el que el medio extractor se compone de unas 30 partes en volumen de éter de petróleo, (con punto de ebullición de unos 40° C) y unas 70 partes en volumen de éter de etilo.

6°.= Un procedimiento con arreglo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el medio extractor tiene que circular necesariamente en contra-corriente al ácido acuoso.

7°.= Un procedimiento con arreglo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que, bien sea el medio extractor o el ácido acuoso se emplea en estado de vapor.

8°.= Un procedimiento con arreglo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el ácido es separado del extracto por destilación fraccionada.

9°.= Un procedimiento con arreglo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que después de separado el ácido del extracto, el medio extractor es devuelto al proceso circulatorio.



10°.= Un procedimiento para la concentración de soluciones acuosas de ácidos alifáticos inferiores, y en particular el ácido acético, tal y como queda substancialmente descrito.

11°.= Ácidos alifáticos inferiores concentrados y en particular el ácido acético concentrado, al ser preparados por una cualquiera de las maneras o tratamientos anteriormente descritos y puntualizados.

"Mejoras en el tratamiento de los ácidos alifáticos inferiores"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid, 8 de Noviembre de 1927.

Henry Dreyfus.

P.P.

Por Poder
de SANTOS L. CEREZA