

que forma parte integrante de la patente de invención que se solicita en España a nombre del Sr. Sr. Hermann GUILLET, profesor, residente en Goodling cerca de Viena, (Austria), Jubiläumstr. 33, por: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ACIDO ACETICO CONCENTRADO, RESULTANTE DE DISOLUCIONES ORGANICAS".



Es sabido que el ácido acético aflojado, en un grado cualquiera de pureza, tal como ácido de fermentación, ácido de residuo que resulta de los tratamientos mediante el ácido acético en la industria de las preparaciones y los colores orgánicos, ácido bruto procedente de la destilación de las maderas, etc., no puede transformarse en ácido de alta concentración de 60°, mediante simple destilación fraccionada, por causa de la poca diferencia entre la tensión de vapor de agua y la del ácido acético. Si se quiere evitar de pasar por las sales del ácido, queda la posibilidad de obtener el ácido por el procedimiento llamado de extracción. Los ensayos hechos con este fin y conocidos por diversas publicaciones están fundamentados todos ellos en la extracción del ácido acético mediante disolventes orgánicos que son insolubles o poco solubles en el agua, pero que presentan una potencia disolvente elevada con respecto al ácido acético y que además presentan un punto de ebullición inferior al de este ácido. Hasta ahora, se ha empleado con este fin por ejemplo éter etílico, acetato de etilo, bencol, cloroformo. El ácido se ha extractado luego de los disolventes mediante una destilación fraccionada en cuyo transcurso el disolvente se destila y el ácido queda en el residuo.

También se ha procurado incessantemente de completar la



separación del ácido y del agua por medio de extracción, adicionando al ácido aflojados sales no orgánicas que disminuyen la solubilidad del ácido en el agua. Sin embargo a pesar de ello, no puede evitarse que cantidades más o menos considerables de agua se mezclen con los productos o con los agentes químicos empleados en el procedimiento de extracción de modo que la concentración final del ácido que queda en el residuo no es nunca satisfactoria. Todos los procedimientos experimentados hasta ahora no pueden hallar aplicaciones técnicas lo que se explica fácilmente, si se considera el precio elevado del disolvente que hay que emplear y su efecto que siempre dista mucho de ser favorable.

Se ha averiguado que puede obtenerse un resultado considerablemente más favorable mediante el procedimiento de extracción si se utiliza como disolvente para la extracción del ácido aflojado cuerpos que, aunque presenten una solubilidad limitada o infinitesimal en el agua y una gran potencia disolvente con relación al ácido acético, posea un punto de ebullición notablemente más elevado que el ácido acético puro. Si en estas condiciones se extrae casi completamente el ácido acético de su disolución acuosa, utilizando un disolvente de esta clase, según un método conocido de extracción, por ejemplo en un aparato de columna aplicando el principio de la contra-corriente sucede que, en la destilación ulterior del extracto, no es el disolvente el que se destila como en el procedimiento anteriormente citado, mientras que el ácido queda en el estado de residuo. Este modo de operar no consiste simplemente en la elección de un procedimiento que se deriva del principio anteriormente citado, sino al contrario este modo de operar produce un efecto técnico enteramente nuevo e cierto que el procedimiento en cuestión no permite tampoco, no más que el procedimiento citado anteriormente, de obtener directamente ácido al 100% por extracción, pero en el procedimien-

to antiguo no era posible de evacuar el agua que había pasado al disolvente, destilando este disolvente; al contrario, mediante el procedimiento presente, puede eliminarse el agua en una proporción muy grande, tratando últimamente la mezcla obtenida por extracción directa. En consecuencia puede obtenerse una concentración más elevada del ácido acético.

Este efecto nuevo tiene su causa en el hecho de que en una mezcla terciaria de ácido acético, de agua y de un disolvente de un punto de ebullición elevado, la tensión de vapor del ácido es fuertemente reducida y aquella del agua apenas reducida, mientras que el vapor de agua se disuelve apenas en el disolvente y el vapor de ácido acético se disuelve en ella en una proporción muy grande (Véase Bernst "Theoretische Chemie", ediciones 8ª y 10ª, página 116). Estas condiciones no se cumplen en ausencia de un disolvente a punto de ebullición elevado; sucede lo mismo en una mezcla homogénea de agua y de ácido acético porque el vapor de ácido acético se disuelve enérgicamente en el agua lo mismo que el vapor de agua en el ácido acético. Por consiguiente puede extraerse mediante destilación de un disolvente semejante a punto de ebullición elevado que solo contiene ácido a 30%, ácidos a diversas concentraciones, mientras que el disolvente experimenta una reducción correspondiente de volumen y queda en el estado de residuo.

En otra forma de realización del procedimiento, se hace circular el disolvente que a la temperatura de la reacción está todavía en el estado líquido, en sentido inverso del ácido acético acuoso en el estado de vapor penetrando en el aparato de extracción. Con el dispositivo indicado, el ácido acético, para condiciones iguales por lo demás y para una misma altura de columna, se extrae todavía más completamente de la mezcla acuosa que si se emplea el procedimiento de extracción, haciendo reaccionar dos fases líquidas una sobre la otra.





ejemplo I.

Acido acuoso al 10% y creosota de alquitran, circulan en sentido inverso el uno con respecto al otro en una columna conteniente de extracción de lo que resulta que la parte acuosa del peso específico más débil, circula de abajo hacia arriba y que la creosota cuyo peso específico es el más elevado, circula desde arriba hacia abajo. La fracción acuosa que se vierte no contiene más que algunas centésimas de por ciento de ácido, la misma está pues prácticamente exenta de ácido, mientras que la creosota que se vierte del aparato contiene en la práctica, todo el ácido que ha arrancado a su disolución acuosa, siendo sin embargo durante el curso de esta operación, retenidas ciertas cantidades de agua por la creosota. La creosota cargada de ácido, se somete a la destilación en un alambique del que sobresale una columna de rectificación. En virtud de la gran diferencia entre los puntos de ebullición del ácido acético y de la creosota, se consigue por esta destilación mantener, en la práctica, completamente la creosota en el aparato mientras que el ácido se destila con el agua que contenía todavía la creosota. Se tiene pues el medio, separando convenientemente en dos fracciones los productos que se destilan, de obtener en la primera fracción un ácido acético a una concentración de 7 a 10% y en la segunda, un ácido de 70 a 75%. La segunda fracción puede utilizarse directamente para su transformación en ácido industrial, mientras que la primera fracción al contrario, se devuelve a la extracción y se trata al mismo tiempo como ácido fresco al 10%.

ejemplo II.

Si de un modo análogo se aplica el procedimiento de extracción a un ácido en disolución a aproximadamente 25%, utilizando creosota hidratada, se extrae practicamente el ácido de su disolución acuosa, si se activa suficientemente la extracción. La creosota hidratada que se vierte da por destilación un producto

que se recoge en dos fracciones; la primera es un ácido acético a 22 o 24 °, la segunda un ácido a 80 o 85 °. Si por ejemplo se destila la creosota enriquecida de ácido acético y procedente de la extracción en un aparato de destilación continua que no permite recoger separadamente las diversas fracciones, se obtiene por una parte hexahidro-cresol completamente exento de ácido que se devuelve a la extracción y por otra parte un ácido acético al 60%.



EJEMPLO III.

Si se utiliza para la extracción ácido al 25% del aceite de brea de madera cuyo punto de ebullición es de 220 a 260°, el modo de operar indicado en el ejemplo I produce un ácido acético aflojado a 23° que se devuelve a la extracción y un ácido concentrado a 80° que puede transformarse directamente en ácido glacial.

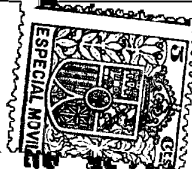
EJEMPLO IV.

Si para la extracción del ácido acético a 10%, se utiliza una mezcla de cuatro partes de creosota bruta y de una parte de aceite de alquitrán de carbón (aceite de antracena) se obtiene; después de una extracción prácticamente completa, ácido acético por la destilación del extracto, resultando de la primera operación un ácido aflojado a 8 o 10% que se devuelve a la extracción y un ácido concentrado a 78 o 80%. En cuanto al agente de extracción privado del ácido que contiene, el mismo es empleado en la extracción de nuevas cantidades de ácido acético.

El procedimiento en cuestión puede realizarse también de una manera muy económica bajo el punto de vista del calor produciendo la destilación totalmente o bien en parte en el vacío y utilizando el agente de extracción desligado de su ácido así como los vapores del ácido que se destila para calentar previamente el disolvente que viene de la extracción y enriquecido de ácido.

EJEMPLO V.

Se calienta a la ebullición una dilución acuosa aflojada de ácido acético en un alambique que se alimenta constantemente



con ácido flojado fresco. Los vapores de agua y ~~no acético~~ que no escapan penetran en la base de una columna de destilación que se eleva sobre el costado del aparato y que es de un tipo cualquiera. Los vapores que se elevan en la columna son expulsados por un disolvente a punto de ebullición elevada, con preferencia recalentado previamente que sale por un dispositivo colocado en la parte más alta de la columna. Los vapores de agua, casi completamente exentos de ácido acético, escapan al extremo superior de la columna y o se condensan en un refrigerador anexo, o bien son utilizados de otro modo en la calefacción de dispositivos apropiados.

El disolvente, una vez que haya quitado el ácido acético de los vapores, se carga de ácido, se vierte a alta temperatura a la parte inferior de la columna, por debajo del tubo de llegada de vapor, a través de un sifón y se emplea inmediatamente para la fabricación de ácido concentrado, con regeneración del disolvente, tal como lo hemos descrito más arriba. La razón porque el ácido acético pasa al estado líquido en el disolvente, a pesar de la alta temperatura que reina en la columna, es la siguiente:

La tensión de vapor del ácido acético se halla notablemente reducida, cuando el ácido está en disolución en líquidos que poseen un gran poder disolvente y un punto de ebullición superior al del ácido; al contrario, la tensión del vapor de agua no sufre ninguna disminución apreciable porque el vapor de agua no es sensiblemente disoluble en los disolventes empleados.

Para la aplicación del procedimiento en cuestión, los disolventes apropiados son en primer término líquidos orgánicos que contienen oxígeno o sustancias orgánicas que contienen grupos de hidroxilo cuyo punto de ebullición es superior a 150°. título de ejemplo, pueden indicarse los fenoles monovalidos, excepción hecha del ácido fénico, por ejemplo las cresotas, los fenoles polivalidos particularmente bajo la forma de sus éteres, por ejemplo el galecol y sus homólogos y los fenoles semejantes; los fenoles hidrata-

dos por ejemplo los hexahidraacetos, cetonas alifáticas y cíclicas a punto de ebullición elevado, ácidos grasos a punto de ebullición elevado; por último mezclas naturales o artificiales de los tipos descompuestos antecitados, en particular los alquitranes pesados de madera (creosota), los alquitranes de lignita y los alquitranes de hulla, cuyos puntos de ebullición no tienen límite hacia arriba.

Reivindicaciones de la Patente:



La invención tiene por objeto:

1ª. Un procedimiento que permite de obtener ácido acético concentrado, partiendo de ácido aflojado y consistente en:

recoger el ácido aflojado de cualquier procedencia por medio de disolventes capaces de apoderarse del ácido acético, siendo estos disolventes insolubles en el agua o presentando solo ligeras señales de solubilidad y poseyendo un punto de ebullición sensiblemente más elevado que el ácido acético puro;

retirar del disolvente cargado de ácido acético este ácido a una concentración tal que la misma permita preparar directamente el ácido glacial;

devolver a la extracción el disolvente restante después de la destilación y desligado de su ácido.

2ª. En modo de tratamiento, para la puesta en práctica del procedimiento antecitado que consiste en hacer pasar completamente al estado de vapor el ácido acético acuoso aflojado que se entrega a la destilación y en extraer de la mezcla el ácido acético, utilizando a este efecto un disolvente que responda a las condiciones indicadas más arriba.

3ª. La presente patente de introducción, que se solicita debe recaer sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACIÓN DE ÁCIDO ACÉTICO CONCENTRADO, PARTIENDO DE LAS DISOLUCIONES AFLOJADAS" tal y como queda descrito en la presente memoria.

Consta esta memoria de siete páginas .

Madrid, el ... de diciembre de 1927. A. Br. Hermann SUIDA:

*Handwritten signatures and initials, including 'BR' and 'Hermann Suida'.*