



SEP. 1932

PL/H.

128 044

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de introducción por diez años, por " Procedi - miento de obtención de los ácidos tártrico y cítrico puros de sus disoluciones acuosas brutas ", a favor de la razón social Chemische Fabrik Joh. A. Benckiser G.m.b.H. y del Dr. Ing. Emil Aeckerle, residentes en Ludwigshafen a. Rh. (Alemania).-

==/==

El invento se refiere a un procedimiento para obtener los ácidos tártrico y cítrico de sus disoluciones acuosas, dado el caso también de disoluciones que contengan ácido mineral libre como las que se presentan en la fabricación de los ácidos tártrico y cítrico, y también de aquellos productos en los que existe el ácido orgánico, como en los frutos del género citrus, en los concentrados del prensado de ácido cítrico, en los líquidos de fermentación que contienen este ácido, etc. El invento consiste en que tales disoluciones o residuos se extraen con alcohol butílico normal (butanol) obtenido sintéticamente en grandes cantidades, con lo cual la substancia orgánica correspondiente se priva en alto grado de las conocidas impurezas de origen incor-



29.SEP.1932

128044

2.-

ganico, como hierro, aluminio, calcio, ácido fosfórico etc, y también las de origen orgánico.

5 M que el alcohol butílico pudiese emplearse para este objeto no era de esperar especialmente a causa de que según los trabajos de Dakin (véase Chen. Zentralblatt I p. 817), de los ácidos que se forman al disociar caseinógenos sólo los ácidos monoamínicos pueden extraerse con alcohol butílico, mientras que los ácidos carboxílicos polivalentes quedan en la disolución acuosa por decirlo así cuantitativamente.

10 Por consiguiente, constituye un caso especial el descubrir que el butanol puede emplearse para la extracción de los ácidos carboxílicos polivalentes anteriores, a saber del ácido tártrico y cítrico, caso que no se puede derivar sin más del método general de obtener ácidos orgánicos solubles en agua por extracción de sus disoluciones acuosas con disolventes orgánicos in-

15 solubles o poco solubles en agua.

 Pero prescindiendo de esto el empleo del butanol frente a otros medios conocidos de extracción ofrece todavía especiales ventajas. Así por ejemplo, el éter etílico empleado como medio

20 de extracción para la preparación industrial del ácido láctico puro no se presta en absoluto para los ácidos tártrico y cítrico a causa de su pequeñísimo poder disolvente, mientras que por otro lado la posible aplicación de alcohol amílico, que por su origen industrial se designa como alcohol amílico de fermentación,

25 también aparece poco adecuado para el presente objeto, pues no es un cuerpo individual sino una mezcla de alcohol amílico inactivo con cantidades mas o menos grandes de un alcohol amílico levogiro ópticamente activo y es también inconveniente el que el ácido tártrico dextrogiro ópticamente activo se reuna con un

30 disolvente levogiro también ópticamente activo. Además el poder disolventes del alcohol amílico para el ácido tártrico es frente al del alcohol butílico solo aproximadamente un tercio tanto a la temperatura del local como también en caliente, de manera



128 044

3.-

que para una cantidad a extraer de igual volumen de ácido tártrico se necesita solo un tercio de butanol frente al alcohol amílico, lo que es de una importancia no despreciable. Con el ácido cítrico las circunstancias son todavía más favorables, pues la solubilidad de este ácido en butanol es considerablemente mayor que la del ácido tártrico. Finalmente el alcohol amílico es menenoso, huele a aceites empireumáticos y sus vapores producen alteraciones de la respiración.

El n-butanol no presenta estos defectos pues el producto preparado sintéticamente en gran escala es de grandísima pureza con un punto de ebullición bien fijo y más económico que el alcohol amílico rectificado. El alcohol butílico normal, llamado brevemente butanol, tiene el peso específico de 0,813, hierve entre 115 y 117° C y constituye un disolvente prácticamente no mezclable con agua.

En la memoria de la patente 376 698 de la clase 120, se describe finalmente un procedimiento para preparar ácido tártrico, el cual consiste en que se trata con ácido fosfórico tartrato de calcio y el ácido tártrico se aísla de la mezcla de reacción por tratamiento con alcohol. Luego el ácido tártrico se obtiene de la disolución alcohólica separando el alcohol por destilación. También respecto a este procedimiento constituye el empleo del butanol un progreso industrial decisivo, pues en contraposición a este método conocido de trabajo puede suprimirse la separación del butanol por evaporación de la mezcla del mismo con el ácido a causa de la insolubilidad del butanol en agua.

La extracción por su parte se realiza según uno de los métodos usuales conocidos por el principio de contracorriente, o del modo descrito en la patente alemana 140 319 clase 120 para el ácido láctico o mejor sirviéndose de columnas de extracción provistas de cuerpos de relleno. Ahora bien como en estos proce-



128044

5 sos de extracción la relación de repartición del ácido tártrico entre la lejía y el butanol de una parte y entre el butanol con ácido tártrico y el agua de otra parte depende considerablemente de la concentración previa, parece que hay que renunciar a la extracción total atendiendo a las grandes cantidades de disoluciones finales diluídas que en otro caso serían necesarias.

10 La fase I-extracción de la lejía mediante butanol- se realiza de manera que la disolución bruta se extraiga continuamente en varias gradaciones sucesivas cada vez con butanol de refresco hasta que el contenido del butanol en ácido tártrico en el último grado haya descendido tanto que con su nueva extracción con agua pueda todavía lograrse la concentración de la disolución pura de ácido tártrico, concentración que por motivos
15 prácticos se persigue en un grado determinado. La lejía de ácido tártrico residual que queda, se mezcla luego con lejía de partida de elevado tanto por ciento o se emplea para nuevas aplicaciones de lejía de partida y por ello se vuelve a conducir a la fase I. Al realizar esta fase de extracción, en conformidad
20 con el enriquecimiento de la lejía en sales, estas últimas se separan al pie de la columna, de donde pueden alejarse en forma adecuada.

25 La fase II- extracción del ácido tártrico del butanol que lo contiene, con agua- se realiza también en varios grados sucesivos, de manera que la extracción acuosa se emplee repetidas veces para nueva extracción de butanol de refresco con ácido tártrico, con lo cual puede lograrse también una mayor concentración de la disolución pura de ácido tártrico. El butanol residual que queda en la fase II, que presenta un contenido relativamente
30 pequeño de ácido tártrico, puede luego introducirse sin mas en la circulación de la fase I. Pero si en este butanol residual se han enriquecido los cuerpos extraños orgánicos como las substancias colorantes, etc, entonces una parte del mismo



29.5

128 044

5.-

se lleva a la elaboración y rectificada se emplea otra vez en la fase I. Las anteriores explicaciones que se refieren a la obtención de ácido tártrico puro, sirven oportunamente en igual forma para el ácido cítrico.

5 Los dos ejemplos siguientes presentan únicamente dos de las múltiples aplicaciones posibles del invento, las cuales podrán variarse en alto grado según la posición del servicio, la clase de lejías, las concentraciones y las gradaciones de la operación, las relaciones cuantitativas de los líquidos de extracción, la temperatura, etc.

10

Ejemplo de la extracción de ácido tártrico

15 100 litros de una lejía de servicio de 30° Bé, que contiene 50 g de ácido tártrico en 100 cm³ y 3,11 g de ceniza total, esta última con 0,23 g Fe, se conducen en la fase I a través de 3 columnas de extracción equipadas con cuerpos de relleno de la clase conocida, en tal forma que la lejía corra por todas las 3 columnas y en ellas en cada caso entre por arriba y salga por abajo, mientras que en sentido contrario a ella corra por cada columna butanol nuevo desde abajo en contracorriente. La relación cuantitativa empleada de lejía : butanol es para cada 20 columna de 1 : 1. Los pesos específicos de los tres extractos de ácido tártrico obtenidos con butanol a consecuencia del enriquecimiento con este ácido son en el primer grado o columna de 0,912, en el segundo grado de 0,900 y en el tercero de 0,890. 25 Estos tres extractos de ácido tártrico en butanol pueden luego rennirse con agua para la subsiguiente extracción o también emplearse separadamente para ésta. El efecto de la extracción de la fase I, referido al ácido tártrico de la lejía total de partida, es de 60,4 %.

30

La fase II - extracción del butanol con ácido tártrico mediante agua-, tiene ahora lugar en la forma análoga, empleando



P.1932

6.-

128044

también tres columnas de extracción, a las que en cada caso se lleva para abajo butanol nuevo conteniendo ácido tártrico, con peso específico de 0,900, mientras que por arriba entra en la columna 4 agua pura, que luego pasa como disolución diluída de ácido tártrico a la columna 5 y finalmente abandona la columna 6 como disolución concentrada en ácido tártrico con 19 g de éste en 100 cm³.

El efecto de la extracción obtenida con la disolución pura, calculado por el ácido tártrico total introducido en la disolución bruta, es de 50 %. Después de reducir el ácido tártrico introducido en la circulación con la lejía residual y el metanol residual se obtiene en el ensayo continuo un efecto de extracción de 96 %.

La disolución pura de ácido tártrico obtenida contiene solo 0,008 g de Fe en 100 cm³, lo que corresponde a un efecto de pureza de 90 % en números redondos, referidos a 100 de ácido tártrico.

Ejemplo de la extracción de ácido cítrico

Puede renunciarse a describir este ejemplo ya que las dos fases de la extracción se realizan en principio de igual manera que se ha descrito para el ácido tártrico.

La disolución bruta de ácido cítrico contenía la siguiente composición : 45,0 g de ácido cítrico conteniendo en 100 cm³ 2,17 g de ceniza, 1,04 g de Fe. El efecto a calcular de la disolución pura, referido igualmente al ácido cítrico total introducido en la disolución bruta, es de 48 %; esta cifra, lo mismo que en el ejemplo 1 tiene solo una significación orientadora respecto al periodo descrito de la extracción, pues en ensayo continuo se obtiene un efecto de extracción de igualmente 96 %, mientras que el resto del ácido cítrico se obtiene en la rectificación del butanol.

La disolución pura tenía 17,3 g de ácido cítrico en 100 cm³ y



1932

128044

7.-

el efecto de la purificación referido a la ceniza total, es de 85 %.

N O T A.-

5 Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como no practicado en España, son las siguientes reivindicaciones:

1a.- Un procedimiento para la obtención de ácidos tártrico y cítrico puros a partir de disoluciones acuosas brutas, caracterizado porque éstas se extraen con alcohol butílico normal y luego el ácido tártrico se vuelve a extraer del butanol que lo contiene, con agua en una segunda operación de extracción.

10 2a.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, comprendiendo una forma de llevarle a la práctica, caracterizado porque para obtener concentraciones técnicamente utilizables se renuncia a una extracción total de una sola vez, sino que mas bien sirviéndose de grados o fases de extracción se obtiene la necesaria diferencia de concentración.

20 3a.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1 y 2, comprendiendo una forma de llevarle a la práctica en forma continua como procedimiento en ciclo, caracterizado porque en la fase I la extracción gradual de la disolución bruta con butanol sólo se realiza en tal grado que la lejía residual pueda sin inconveniente emplearse para nuevas disoluciones iniciales de disoluciones brutas o para la separación de lejías de partida altamente concentradas y así se llegue simultáneamente a un butanol conteniendo ácido tártrico y de un grado suficientemente elevado para la siguiente extracción con agua, conduciéndose de nuevo el butanol residual obtenido en la fase II en su mayor parte sin mas a la fase I.

25 4a.- Procedimiento de obtención de los ácidos tártrico y



128044

8.-

cítrico puros de sus disoluciones acuosas brutas.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria descriptiva de ocho páginas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid 29 de septiembre de 1932.-

Leocadio López y López.-

P.F./

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Leocadio López y López", with a long, sweeping underline.