

cas 92

144132

16



PATENTE DE INVENCION

a favor de:

la Sociedad Anónima.: "LES USINES DE MELLE"

de nacionalidad francesa

domiciliada en:

Saint Léger-les-Melle (Deux-Sèvres) Francia

por:

"Medios para la deshidratación de líquidos orgánicos por destilación azeotrópica"

M e m o r i a d e s c r i p t i v a

Ya se sabe que la ^{deshidratación}~~destilación~~ azeotrópica continúa consiste esencialmente en destilar el producto que se ha de deshidratar en presencia de un "vehículo". Se opera de modo que se obtenga una mezcla de vapores de composición constante, de los cuales, una parte, después de condensación y enfriamiento,

5. es sometida a decantación con el fin de recuperar, por retrogra-



dación, el vehículo que constituye la mayor parte de una de las capas en el decantador, mientras que la capa más rica en agua es tratada en aparatos auxiliares, para la separación de los productos disueltos. El agua así agotada es desechada, mientras que los productos recuperados son conducidos a puntos convenientes de la columna de deshidratación.

Los vehículos líquidos usuales forman, con el agua y el producto que se ha de deshidratar, una mezcla azeotrópica ternaria cuyo punto de ebullición es inferior al de cada una de las diferentes mezclas binarias que forman entre sí los tres cuerpos en presencia. Es pues, esta mezcla ternaria, la que tiende a formarse y que se recoge en la parte alta de la columna de deshidratación; pero entonces la capa acuosa separada por decantación, contiene siempre, junto con el vehículo, una cierta cantidad de líquido a deshidratar, variable según los casos.

Para obtener una marcha o funcionamiento económico, se tendría evidentemente interés en tratar de separar en el decantador, una capa tan rica como fuera posible en agua, y tan pobre como fuera posible en producto a deshidratar y en vehículo. Así se obtendría para un mismo volumen de producto deshidratado, una cantidad más pequeña de capa acuosa residual a tratar, lo que daría lugar a un menor gasto de calorías en las columnas auxiliares utilizadas en el tratamiento de recuperación, columnas que podrían, entonces, ser de diámetro menor. Por otra parte no se tendría que conducir a la columna de deshidratación más que una cantidad más pequeña de producto recuperado; en otras palabras, se aseguraría un aumento de



16 35. la eficacia del conjunto de la instalación.

En el caso de la deshidratación del alcohol, ya se ha propuesto efectuar la decantación de la mezcla ternaria a una temperatura cercana a la que reina en la parte alta de la columna de deshidratación, por medio de la disposición en la parte

40. te alta de dicha columna, de un colector-decantador que recibiera la totalidad del producto condensado. Se extrae a la velocidad deseada, la capa acuosa obtenida por decantación en caliente, y el resto se hace retroceder a la columna. Según los medios conocidos, la decantación en caliente a una temperatura
45. igual o cercana a la de la cabeza de la columna, se obtiene ya sea en la parte alta de dicha columna ya en un decantador dispuesto al exterior y convenientemente aislado, de modo que se mantenga a la temperatura deseada.

Este medio, a pesar de mejorar en un cierto grado las
50. condiciones de la decantación, estaba, sin embargo, lejos de resolver el problema de un modo perfecto.

En primer lugar, la capa acuosa obtenida por decantación en caliente a pesar de ser más rica en agua y menos rica en vehículo que la capa obtenida por decantación usual en frío,
55. contenía todavía un tanto por ciento relativamente elevado de vehículo, y en tal cantidad que era necesario someterla previamente al desbenzolado habitual antes de tratarla para la recuperación del alcohol disuelto.

Finalmente, en el caso del tratamiento directo de alcoholes que contengan impurezas volátiles, estas últimas se
60. encontraban disueltas en la capa acuosa en forma extremadamente diluida, y su concentración exigía el empleo de colum-



nas anexas que requerian un importante gasto de vapor.

65. La presente invención tiene por objeto los medios que permiten remediar todos estos inconvenientes, y sacar partido, en la medida más amplia posible, de las ventajas de la decantación en caliente, cualquiera que sea, por otra parte, la naturaleza del vehículo utilizado y la del producto a deshidratar.
70. Según la presente invención, la capa acuosa obtenida por decantación en caliente de la mezcla ternaria de punto de ebullición mínimo y extraída de la columna de deshidratación, se somete fuera de dicha columna, a un enfriamiento y después a una nueva decantación, que permite eliminar la totalidad del
75. vehículo. Por otra parte, la primera decantación efectuada a una temperatura tan cercana como sea posible del punto de ebullición de la mezcla ternaria, en lugar de ser efectuada en la parte alta de la columna de deshidratación, tiene lugar en el interior de esta misma columna, en una cavidad intermedia
80. situada entre uno o varios platos de la cabeza de la columna y de los platos que se encuentran inmediatamente debajo. Esta disposición presenta ventajas especialmente importantes, sobre los medios conocidos de decantación en caliente en la parte alta de la columna o al exterior de la misma, cuando se trata de
85. productos iniciales que contengan impurezas volátiles cuya separación debe asegurarse, pues en este caso, la concentración de las impurezas tiene lugar gratuitamente en el interior de la columna, en los platos situados encima del decantador, con ayuda de las calorías disponibles de la columna misma, sin que
90. sea necesario recurrir a otras columnas auxiliares.



16

En la figura 1, del plano adjunto, se representa esquemáticamente, una instalación de conjunto que comprende los medios particulares indicados y que puede ser utilizada principalmente para la deshidratación del alcohol etílico.

95. La figura 2, representa un corte en alzado, a mayor escala, de una forma particular de la disposición de la parte alta de la columna de deshidratación, según la presente invención, y en el caso en que la decantación dé lugar a una capa acuosa inferior.

100. La figura 3, es un corte en alzado de dicha disposición, apropiado para el caso en que, en la cavidad que constituye el decantador, la capa acuosa se forma en la parte superior.

La figura 4, es un corte semejante, que indica un modo particular de utilización de los medios característicos esenciales según la invención, permitiendo la extracción simultánea de las capas inferior y superior.

105.

La figura 5, representa esquemáticamente una instalación de conjunto para la aplicación de la decantación en caliente, a la deshidratación directa de mostos fermentados, por el procedimiento descrito en la patente francesa nº 696.775 del 26 Agosto 1929, con la ayuda de cámaras de decantación que forman decantadores intermedios según la presente invención.

110.

En el ejemplo de aplicación a la deshidratación de alcohol etílico, representado en la figura 1, la instalación comprende de la manera usual: una columna de destilación con platos -1-, cargada normalmente, de la manera ya conocida, con benceno. El alcohol a deshidratar procedente de un depósito -2- es conducido a la columna -1- por medio de un tubo -2'--. La cabeza de columna está dispuesta, como lo indica esta figura y

115.



120. el corte detallado de la figura 2, de manera que contenga, debajo de un cierto número de platos normales con casquetes b, un plato d que constituye el fondo de una cámara de decantación en caliente, situada entre estos platos superiores y los platos normales adyacentes del cuerpo de la columna, y cuya descripción se hará más adelante. La cabeza de la columna 1, está unida por medio de un conducto 1' a un dispositivo usual de condensación 3, desde donde la mezcla ternaria, de composición constante, que, en el ejemplo, se supone impurificada por pequeñas partículas contenidas inicialmente en el alcohol de alimentación, se hace retroceder en su totalidad, por medio del conducto 3', sobre el plato de cabeza.
- 125.
- 130.
- Como se ha dicho más arriba, constituye una enorme ventaja, según la invención, disponer entre la cavidad de decantación en caliente y la parte alta de la columna, un cierto número de platos ordinarios destinados a la concentración de las impurezas de cabeza. De una manera general bastan cuatro o cinco platos para realizar esta concentración que puede así efectuarse ~~gratuitamente~~, por medio del calor suministrado en la base de la columna de deshidratación. De esta manera, para eliminar los productos de cabeza, no se está obligado, como en los procedimientos conocidos, a tratar una parte de la capa acuosa en la cual se encuentran estos productos considerablemente diluidos; basta retirar del condensador de la columna de deshidratación, a la velocidad deseada, por medio del tubo 10, provisto de una llave 10', una pequeñísima parte de los productos de condensación, constituidos por un alcohol impuro, cuya concentración en impurezas es de 100 a 200 veces mayor que la de la capa
- 135.
- 140.
- 145.



acuosa del plato de decantación en caliente. Por este medio, se separan directa y a. gratuitamente, las impurezas en forma concentrada, lo que constituye una economía importante.

150. Debajo de uno o varios platos de cabeza b (fig. 1 y 2), se ha dispuesto una cavidad cuyo fondo es un plato d desprovisto de sombreretes pero atravesado por conductos d¹ que permiten el paso libre de los vapores de c a b. El plato d lleva, además, uno o varios tubos de nivel máximo e, que desembocan a una altura suficiente para permitir la acumulación de una cantidad conveniente de líquido sobre dicho fondo d. De esta manera, el líquido procedente del plato b por el tubo de nivel máximo f, tiene tiempo de decantarse en el decantador intermedio, formado por el plato d y la pared de la columna a, antes de derramarse por el tubo de nivel máximo e, hacia el plato inferior c.

165. En marcha normal, el decantador se encuentra, prácticamente, cargado con la capa más densa, o sea con la capa acuosa, cuando se trata de vehículos ligeros. Encima de esta carga flota una película muy delgada de la capa superior, rica en vehículo, que es evacuada por e de una manera continua, como se representa en la fig. 2

170. Puede extraerse la cantidad conveniente de capa acuosa por el tubo de evacuación g, provisto de una llave de regulación h; prácticamente basta retirar por h una cantidad de capa acuosa, correspondiente a la cantidad de agua suministrada por el alcohol de alimentación, para asegurar automáticamente, por el exceso de capa acuosa y la totalidad de la capa superior, un retroceso apropiado tanto en canti-

175.



dad como en calidad, sobre los platos inferiores c.

- La capa acuosa, una vez extraída de la cámara de decantación en caliente que forma el decantador intermedio, es sometida a un enfriamiento en el refrigerante 4, (fig. 1);
180. se vuelve turbia porque el vehículo que quedaba en la solución cálida se separa. El refrigerante está unido a un decantador 5; la capa superior formada en este último y que contiene prácticamente todo el vehículo extraído, vuelve a pasar, siguiendo un circuito, a la columna de deshidratación,
185. por el conducto 6. En cuanto a la capa acuosa que queda, está compuesta casi exclusivamente, en esta ocasión, por agua y alcohol que se puede recuperar por destilación simple. Para esto, se concentra la solución acuosa en una columna anexa 7, para alta graduación y el producto recuperado es enviado
190. de nuevo a la columna de deshidratación por un conducto 9, mientras que el agua es evacuada por un conducto 8.

El alcohol absoluto es recogido por el tubo 11 en la base de la columna 1.

- Según los casos y principalmente según el vehículo empleado, la cámara de decantación podrá presentar formas de ejecución apropiadas. Así, por ejemplo, cuando se emplee como vehículo un líquido más denso que el agua, la capa rica en agua es entonces la capa superior del decantador y este se modifica como se indica en la figura 3.
- 195.

200. En este caso, el conducto de evacuación g de la capa acuosa, desemboca en la parte alta de la cámara de decantación ^d que constituye el decantador intermedio. El líquido en ebullición que procede de los platos superiores b y b' por el



16

205. tubo de nivel máximo f, solo encuentra la salida por un conducto i, provisto para ello, de agujeros j en su parte baja, y que rodea a un tubo de nivel máximo e. En marcha normal, la cámara d se encuentra completamente llena de capa superior, o sea, en el presente caso, de capa acuosa. Se extrae la cantidad deseada por el tubo g provisto
210. to, como en el ejemplo precedente, de una llave de regulación h, mientras que la capa inferior, rica en vehículo, se derrama con el exceso de capa superior pasando por j - i - e, y suministrando así automáticamente, la retrogradación deseada en cantidad y en calidad sobre los platos inferiores c de la columna.
- 215.

- Puede desearse extraer, de la cámara de decantación en caliente que constituye el decantador intermedio, simultáneamente las capas superior e inferior. En este caso, resulta ventajoso utilizar la disposición representada en
220. la figura 4. La cámara de decantación en caliente está dividida en dos departamentos I y II, separados por un tabique k. En el departamento I, el desbordamiento del líquido se hace como en el ejemplo de la figura 2, mientras que en el otro departamento II, se hace como en el ejemplo de
225. la figura 3. Por el tubo g¹, provisto de una llave h¹, se saca la capa inferior a la velocidad deseada. En el departamento de la derecha II, se extrae la capa superior por el tubo g², regulando la salida por la llave h².

- Una instalación de acuerdo con la figura 1, con una
230. cámara de decantación establecida según una u otra de las diversas formas de realización descritas o representadas,



podrá utilizarse indiferentemente para el tratamiento de las materias iniciales puras, y también, en este caso más ventajosamente, para el tratamiento de materias iniciales que contengan impurezas volátiles. En el primer caso, será particularmente ventajoso someter la capa acuosa procedente de la decantación en caliente, a una refrigeración seguida de una decantación, no desempeñando, entonces, la disposición intermedia de la cámara d, el papel ventajoso señalado para la concentración de las impurezas. No es menos cierto, que una instalación de conjunto como la descrita, ofrece al industrial posibilidades para el tratamiento de materias iniciales variadas.

A continuación, se indican tres ejemplos de aplicación de la invención:

Ejemplo I

Este ejemplo se refiere a la deshidratación de alcoholes puros (fig. 1).

La capa rica en agua, extraída en la cantidad deseada de la cámara de decantación en caliente que constituye el decantador intermedio, por regulación de la llave h, tiene la siguiente composición:

255.	agua	54 %
	alcohol	36,5 %
	benzeno	9,5 %

Fuera de la columna, se enfría en un refrigerante 4. El líquido frío se enturbia de nuevo y es enviado a un decantador 5, donde se separa en dos capas. La capa superior, rica en benzeno, y que no representa más que una débil porción del líquido total, es devuelta a la columna de deshi-



dratación por un tubo 6. La capa inferior del decantador 5, tiene entonces, aproximadamente, la composición ponderal siguiente:

	agua	59,7 %
265.	alcohol	40 %
	benzeno	0,3 %

La cantidad de benzeno contenida en este líquido hidroalcohólico es lo suficientemente débil para que se pueda despreciar sin inconveniente. Así, se puede efectuar la recuperación del alcohol hasta la máxima concentración posible en una sencilla columna de alta graduación 7, de cuya base se retira el agua por 8.

Si la decantación hubiera sido practicada en frío, como en todos los procedimientos ordinarios, la composición de la capa inferior, hubiera sido aproximadamente la siguiente:

	agua	36 %
	alcohol	53 %
	benzeno	11 %

Se observa, en este caso, que para un mismo volumen de agua eliminada, debe recuperarse aproximadamente dos veces más de alcohol, que en la decantación efectuada, según la invención, sobre el líquido en ebullición. En consecuencia, el procedimiento de tratamiento que se reivindica, permite, no solamente suprimir la columna utilizada generalmente para la separación del benzeno, sino reducir a la mitad las dimensiones de la columna de recuperación del alcohol. Además, el trabajo de la misma columna



de deshidratación se encuentra aligerado por el hecho de que
 290. esta reducción disminuye de un modo correspondiente la cantidad de alcohol recuperado que pasa de nuevo a la columna de deshidratación.

Ejemplo II

Este ejemplo se refiere a la deshidratación de la
 295. monobutilamina cuyo punto de ebullición es de 79°. Este producto retiene enérgicamente el agua; y, para obtener, por destilación, un producto completamente anhidro, se tiene interés en deshidratarlo por métodos azeotrópicos, o, por lo menos, en deshidratar las mezclas en las cuales se encuentran en cantidad importante.
 300.

Quando se emplea el ciclohexano como vehículo, operando con el método ordinario de decantación en frío, la composición de la capa inferior, que es la capa más acuosa, es la siguiente:

305.	Monobutilamina	39,4 %
	Ciclohexano	25,8 %
	Agua	34,8 %

Quando se opera la decantación, en las proximidades de la ebullición, se encuentra la siguiente composición:

310.	Monobutilamina	14,8 %
	Ciclohexano	0,5 %
	Agua	84,7 %

Después del enfriamiento, este líquido, prácticamente, ya no contiene vehículo.

315. Ejemplo III

Este ejemplo y el esquema de la figura 5, se refiere-



320. ren a una aplicación de la decantación en caliente, a la deshidratación directa de los mostos fermentados, por el procedimiento descrito en la patente francesa nº 696.775 de 26 de agosto de 1929, y con ayuda de cámaras de decantación de acuerdo con la invención.

325. El mosto contenido en el depósito 2, pasa por el tubo 2' a una columna de agotamiento A, extrayéndose, de la parte inferior de la misma, las vinazas, por el tubo 13. Los vapores de baja graduación, que salen de la columna de agotamiento por un tubo 12, penetran en la parte inferior de la columna principal de deshidratación B, después de haber cedido las calorías que contienen, durante su paso por el basamento inferior de la columna terminal C. El producto de condensación resultante de esta calefacción penetra igualmente

330. en la columna B por un tubo 12'.

Las aguas residuales se extraen de la base de la columna B por el tubo 21. Los vapores alcohólicos que se elevan por el interior de la columna B se concentran progresivamente en alcohol, y se ponen en contacto con el vehículo que se encuentra acumulado en una zona Z de la parte superior de la columna B.

335.

Esta zona del vehículo presenta, en su parte media, un decantador intermedio d que puede ser del tipo representado en la figura 2. La mezcla ternaria que se forma en esta zona se separa, en dicho decantador, en dos capas: la capa acuosa es extraída a la velocidad que se desee por un tubo g, y después de ser enfriada en 4, es sometida a una nueva decantación en 5; la capa superior de este decantador 5, ~~se~~

340.



345. rica en vehículo, vuelve a entrar en la zona Z por los tubos 9 y 18, mientras que la capa acuosa se dirige nuevamente por un tubo 16, a la parte inferior de la columna B, sobre un plato en el cual el líquido hirviente posea aproximadamente la misma graduación que ella.

350. Las impurezas volátiles contenidas en el alcohol de alimentación, pasan a concentrarse sobre algunos platos situados entre el decantador intermedio d y la parte alta de la columna. Estas impurezas se extraen a la velocidad deseada, por el tubo 20, provisto de un grifo 20', para someterlas a su tratamiento ulterior, mientras que el resto del producto de condensación que se forma en 3, retrocede por el tubo 3' a la parte alta de la columna B.

360. A la altura de la parte inferior de la zona del vehículo, se extrae por un tubo 30, provisto de una llave 30', una mezcla constituida por alcohol de alta graduación (97 a 99%) y por una cierta proporción de vehículo (20 a 30 %). Esta mezcla penetra en la parte media de la columna terminal C que tiene por objeto separar, por una parte, el alcohol absoluto que se extrae por la base, por el tubo 11, y, por otra parte, la mezcla ternaria que se acumula en la parte superior.

370. Los vapores que se escapan por el tubo 31', en la parte alta de la columna C, están sometidos a una condensación total en el condensador 31, y se hacen retroceder en su totalidad por el tubo 14. En la parte superior de la columna C se forma una cámara de decantación d' de acuerdo con el ejemplo de ejecución de la figura 4, es decir, que presenta dos compartimientos I y II y permite extraer a la



16

375. vez la capa superior y la capa inferior. Por una parte, se extrae de I la capa acuosa para asegurar la deshidratación en la columna C, y por otra parte, se extrae de II la capa superior de modo que se mantenga constante la carga o alimentación de vehículo de la columna B.

380. La capa inferior, que se extrae a la velocidad deseada por el tubo 15, se somete en 4 y 5 al mismo tratamiento que la capa acuosa de la cámara de decantación d de la columna principal B.

385. En cuanto a la capa superior, es extraída por el tubo 17 y vuelta a conducir por 18, a la zona del vehículo de la columna B.

La invención que se ha descrito y representado es aplicable a la deshidratación azeotrópica de líquidos orgánicos solubles, tales como clorhidrinas, aminas, alcoholes, cetonas, etc.

390.

N O T A

=====

Se reivindica como objeto de esta patente:

395. 1º.- Procedimiento para la deshidratación de líquidos orgánicos por destilación azeotrópica, que comprende una decantación en caliente del producto de condensación residual ternario, caracterizado en que se han dispuesto medios para que la capa rica en agua, que procede de la decantación en caliente, sufra una refrigeración seguida de una decantación, con el fin de eliminar el resto del vehículo que contiene dicha capa.

400.

2º.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por la disposición de la cavidad que consti-



16

405. tuye el decantador en caliente, en el cuerpo o interior de la misma columna de deshidratación, debajo de uno o varios platos de cabeza, a cuyo efecto se deja en la parte superior de la columna, y encima de ^{un} decantador intermedio, una zona en la cual puede llevarse a cabo la concentración ~~XX~~ gratuita o por sí sola de las impurezas que puedan contener los vapores que se dirigen al condensador.

410. 3º.- Procedimiento según la reivindicación anterior caracterizado en que la cámara de decantación en caliente, está constituida por una parte de las paredes de la columna y por un plato de fondo, del cual se elevan unos conductos o chimeneas y es atravesado por uno o varios conductos de nivel máximo cuya abertura superior limita el nivel libre del líquido, mientras que la abertura inferior se sumerge en el líquido del plato normal inmediatamente inferior, comprendiendo además, uno o dos conductos laterales de extracción provistos de llaves de regulación, que desembocan en dicha cámara al nivel deseado para la extracción de la capa inferior, de la capa superior, o de ambas.

415. 420.

425. 4º.- Procedimiento según la reivindicación 3 caracterizado en que la cámara de decantación, para la extracción de la capa superior, presenta la disposición de un manguito alrededor del conducto de nivel máximo del interior de la cavidad, estando este manguito provisto de orificios junto a su extremo inferior, de modo que se permite la ascensión de la capa inferior y del exceso de la capa superior al espacio anular comprendido alrededor de la abertura superior del conducto de nivel máximo.



430. 5º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por la disposición de un refrigerador acoplado a un decantador, y empalmado a la cámara de decantación en caliente, estando dicho refrigerador en comunicación, por una parte, con la columna de deshidratación, y, por otra parte, con una columna de concentración de alta graduación, en comunicación con dicha columna de deshidratación.

440. 6º.- Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado por la combinación de la disposición consignada, con una columna de deshidratación, provista de una cámara de decantación en caliente, a que hacen referencia las reivindicaciones 2, 3 y 4.

445. 7º.- En el procedimiento consignado en las reivindicaciones 2 a 4, la aplicación de los medios para efectuar la decantación, a una instalación de deshidratación del alcohol partiendo directamente de mostos fermentados, que comprende una columna de agotamiento de los mostos en combinación con una columna principal de deshidratación y de una columna terminal de separación entre el alcohol absoluto y el vehículo, estando provista, la columna principal, de una cámara de decantación con conductos para la extracción de la capa inferior, mientras que la columna terminal está provista de una cámara de decantación con conductos para la extracción de una y otra capas, uniéndose los conductos de extracción de la capa inferior de las dos columnas, a un refrigerador seguido de un decantador, el cual comunica respectivamente en sus puntos bajo y alto, con la parte inferior y con la zona superior de la columna prin-



76
460. cipa, mientras que el conducto de extracción de la capa superior de la columna terminal está en comunicación con la zona superior de la columna principal.

8ª.- Medios para la deshidratación de líquidos orgánicos por destilación azeotrópica.

Barcelona 16 de mayo de 1938.

P. A.



FIG. 1

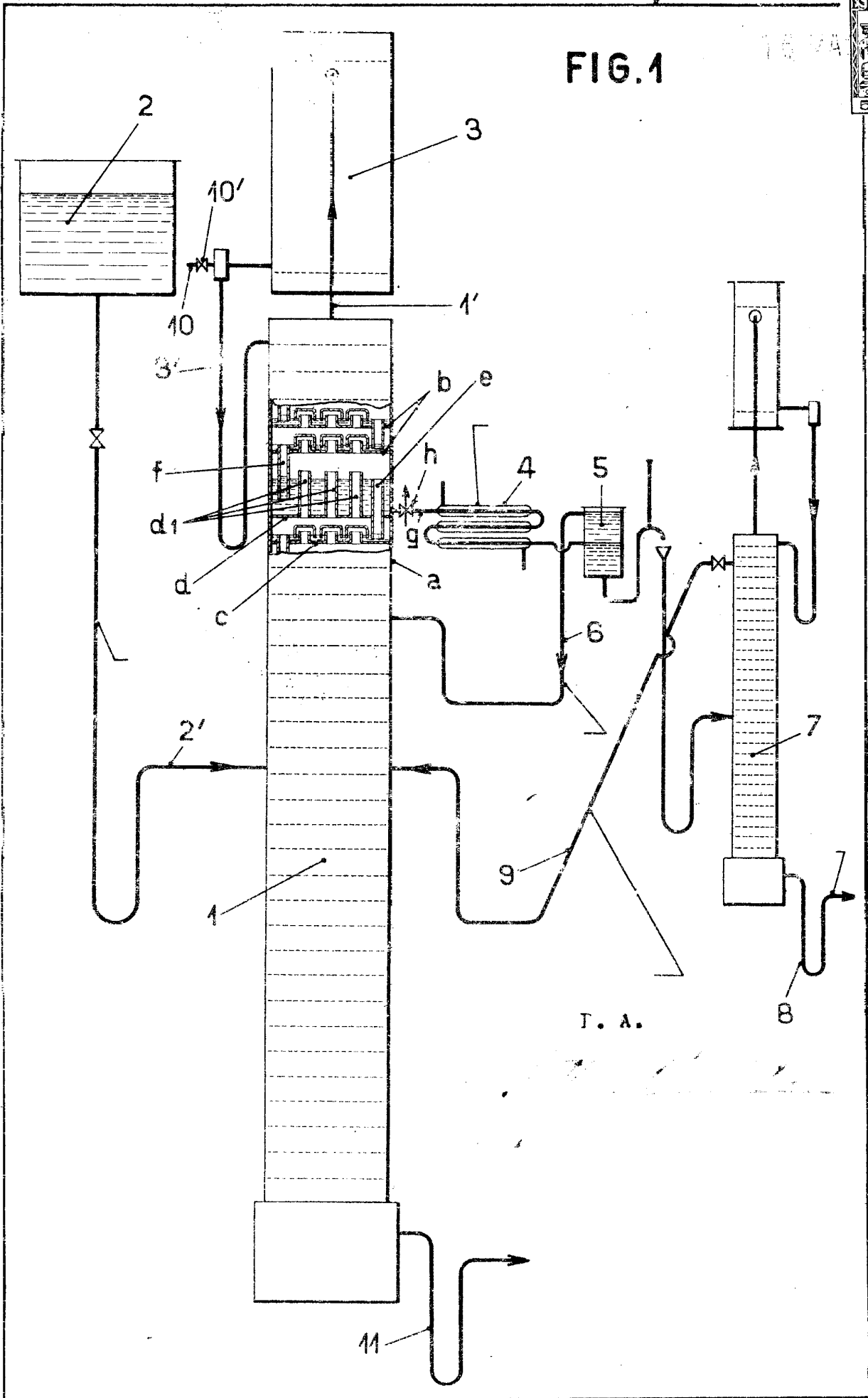




FIG. 2

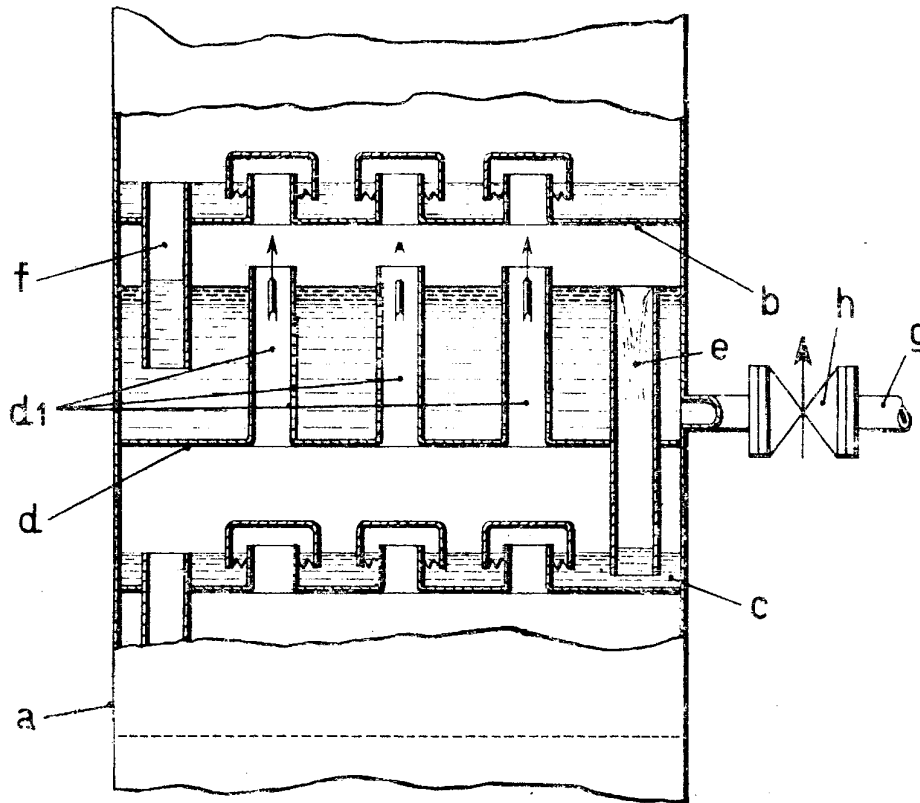


FIG. 3

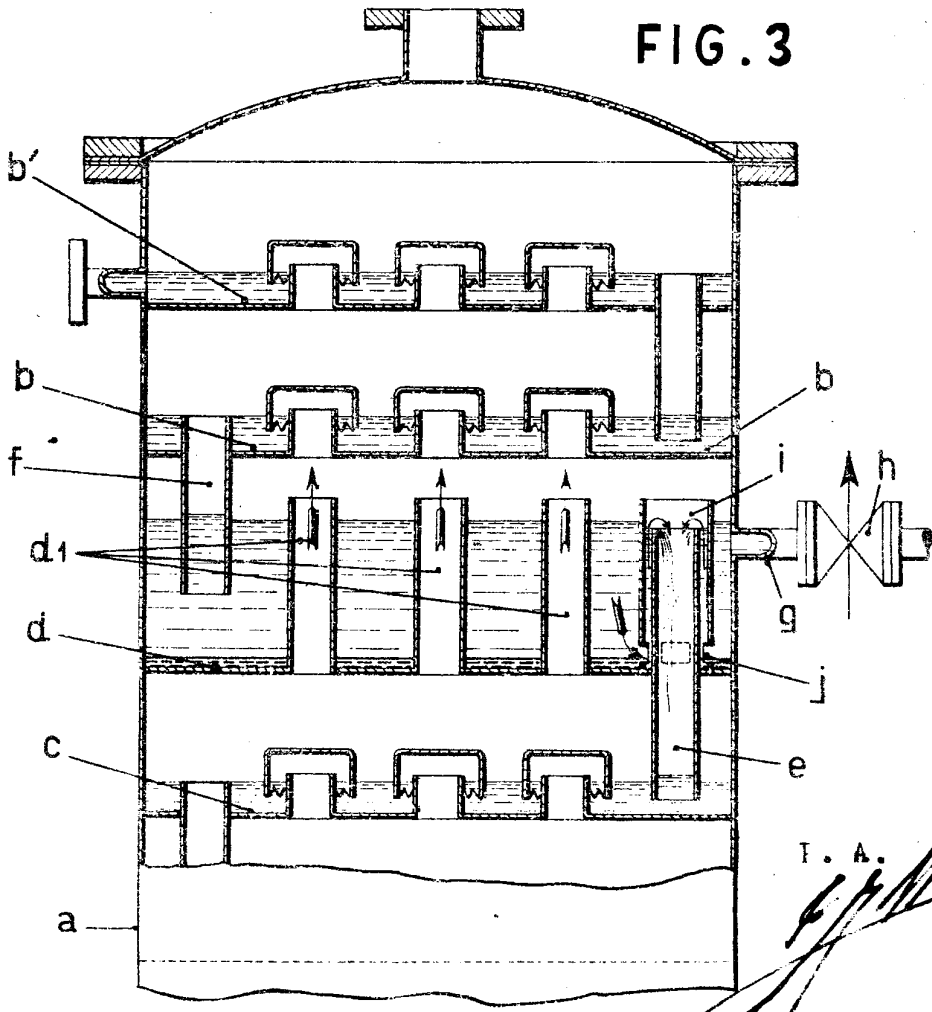
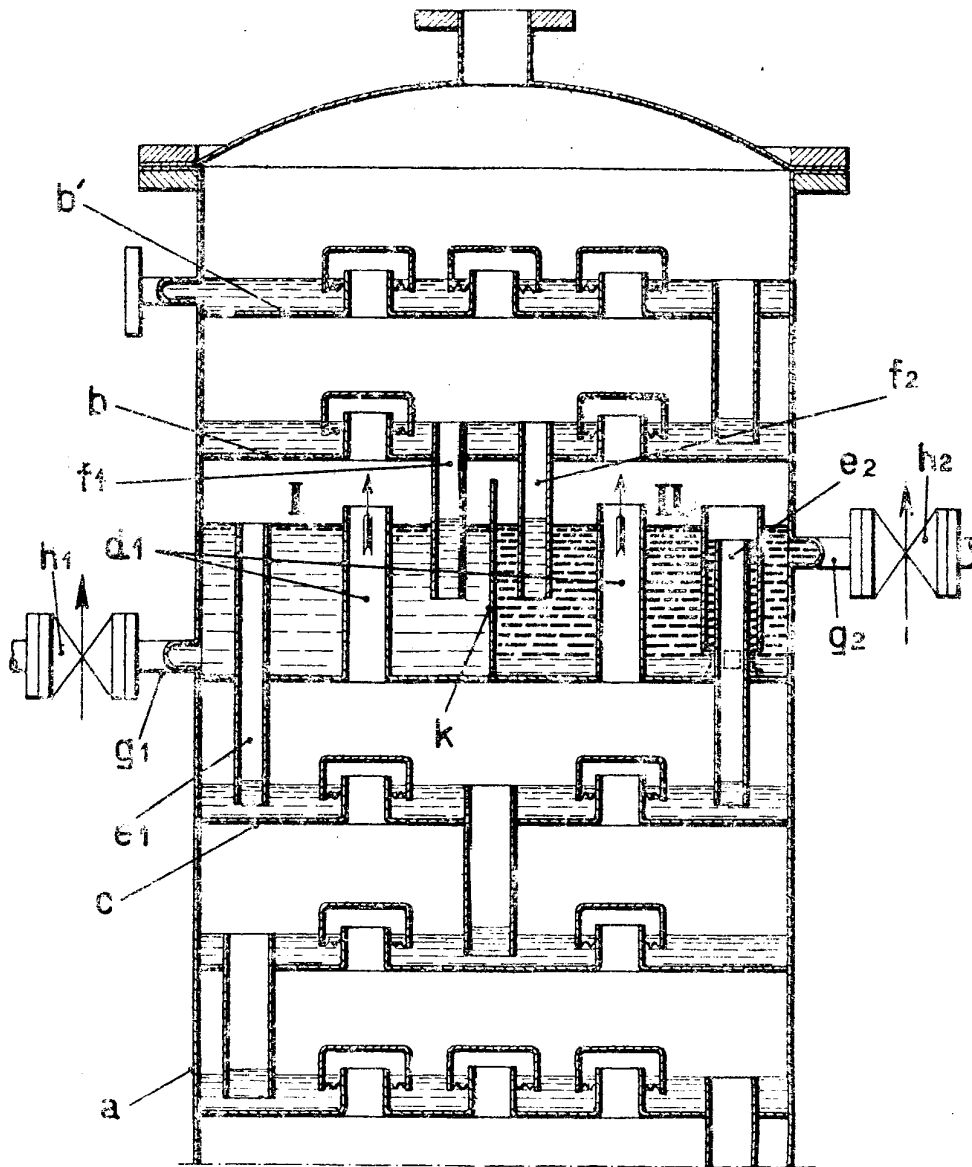




FIG. 4



I. A.

J. J. Oliva



FIG. 5

