

14 31



2 SEPT. 1939

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de Les Usines de MELLE, Sociedad anónima,
de nacionalidad francesa, establecida en Saint-Leger-
-lès-Melle, Deux Sèvres, FRANCIA, por

" UN PROCEDIMIENTO DE HIDRATACION DE

" LAS OLEFINAS "

=====:

Es sabido que las olefinas tales como el etileno, el propileno, los butilenos, pueden ser hidratados en alcoholes, con la presencia de ciertos catalizadores de hidratación, tal como el ácido sulfúrico.

5

Varios autores han demostrado ya que bajo ciertas condiciones de acidez y de temperatura, era



posible eliminar el alcohol del baño de reacción, por arrastre o destilación.

10 En una patente reciente (solicitud de
patente española de 16 de noviembre de 1938) para
"Un procedimiento de hidratación de las olefinas"
la sociedad peticionaria ha hecho resultar la nece-
sidad que el baño hidratante no se enriquezca no-
15 tablemente de alcohol, a fin de evitar las reaccio-
nes secundarias que conducen finalmente a pérdidas
de rendimiento, que se revelan por la destrucción
del reactivo hidratante; dicho de otro modo, es
indispensable eliminar el alcohol del baño de reac-
20 ción a medida que tiene lugar su formación.

La Sociedad peticionaria ha comprobado que ésto es una condición esencial para la buena marcha del procedimiento.

Ya se ha propuesto el hacer pasar, bajo
25 una presión elevada, una mezcla de olefina y de
vapor de agua, a un catalizador ácido de una concen-
tración conveniente y el enfriar los gases resul-
tantes para separar de ellos, por condensación, el
alcohol arrastrado, antes de volverlos a enviar
30 al baño de hidratación.

Ahora bien, la Sociedad peticionaria ha observado que en la realización de ese procedimien-
to, la eliminación rápida del alcohol del baño de
hidratación se efectúa en malas condiciones, debi-
35 do a que los gases cargados de agua y de alcohol,
abandonan difícilmente a este último. En parti-
cular cuando, como en el procedimiento anterior,
se trata de separar el alcohol contenido en los
gases, por simple enfriamiento, se comprueba que
40 no se condensa sino una parte bastante débil del



alcohol arrastrado en el flujo de gas en circulación de tal suerte que los gases que quedan, devueltos al baño de hidratación, vuelven a llevar a este último la mayor parte del alcohol que precisamente, se
45 habia tratado de eliminar. De ésto resulta, no sólomente una velocidad demasiado débil de producción, sino, además, las molestias habituales que se derivan de una riqueza exagerada de alcohol del baño de hidratación, es decir, la producción de
50 polimeros la alteración del baño y la disminución de rendimiento.

El ejemplo siguiente hará comprender bien la importancia de esta observación de la Sociedad
55 peticionaria, observación que es la base del invento.

Si a través de un baño de hidratación constituido por una tonelada de ácido sulfúrico a 60% y llevado a la temperatura de 100°, se hace circular 1000 m³/hora de propileno, se forma alcohol
60 isopropílico que es arrastrado, a medida que tiene lugar su formación, por los gases no absorbidos. Se comprueba que enfriando los gases a + 30° por ejemplo, se puede separar 130 litros por hora de una solución acuosa que contiene 9% de iso-propa-
65 nol; pero los gases que vuelven a entrar en el circuito están saturados de vapores despedidos por esas soluciones alcohólicas a 9%, siendo dichos vapores de, aproximadamente 60% de isopropanol, de suerte que si se someten los gases que sa-
70 len del condensador a un enfriamiento muy a fondo (hasta unos - 15° por ejemplo) se llega a condensar todavía 90 litros por hora de solución a 50% de isopropanol, o sea, 45 kg, de isopropanol puro.



75 Asi en el procedimiento anterior, de 56,7 kilos obtenidos de isopropanol, 45 kgs, o sea el 80% de la totalidad, vuelve al baño de hidratación, mientras que sólomente son retenidos 11,7 kgs, por el refrigerante por agua.

80 Se vé pues, que la simple condensación a la temperatura ordinaria preconizada en el procedimiento anterior, es absolutamente insuficiente y que es necesario intervenir de una manera complementaria muy eficaz, si se quiere evitar los
85 inconvenientes mencionados anteriormente.

Como se ha dicho precedentemente se podría considerar un enfriamiento enérgico de los gases, pero sería bastante difícil realizar económicamente, en la práctica industrial, el enfriamiento hasta - 15°, de un flujo importante de gas cargado de vapores condensables cuyo calor latente es elevado. Por eso, según el presente invento, La Sociedad peticionaria prefiere efectuar esta separación de alcohol por lavado de los gases que salen de la tina de reacción, por medio de un
90 disolvente apropiado, antes de volverlos a enviar al circuito. El alcohol se encuentra asi, eliminado del flujo gaseoso en circulación, de una manera continua, completa y económica.

100 Como agentes disolventes, se puede utilizar, sea el agua pura, sea unos productos orgánicos tales como los cresoles y sus homólogos, los alcoholes pesados como el ciclohexanol, el glicol, la glicerina, sólolos o mezclados, sea, finalmente, unas
105 soluciones salinas tales como las soluciones de cloruro de calcio. Es suficiente que esos agentes disolventes posean una gran afinidad con los vapores del alcohol que se han de retener y



110 que disuelvan la cantidad más débil posible del olefino a tratar.

El aparato que sirve para la ejecución del presente invento, puede estar constituido del modo siguiente:

115 Se carga una tina de reacción, con un baño de hidratación cuya concentración se mantiene constante, por una agregación apropiada de agua procedente de la cubeta 2, la que llega por el tubo 2 bis que está provisto de un grifo, (esta agregación de agua, puede también efectuarse bajo
120 la forma de vapor).

Un ventilador 3, envía a la tina, por el tubo 4, una corriente gaseosa constituida por la olefina a tratar, sola o mezclada con otros gases, la que se emulsiona convenientemente en el líquido de hidratación de la tina, 1, por medio de un agitador 5. Los gases que salen del aparato
125 por el tubo 6 y que se saturan de agua y de alcohol, se separan, en un dispositivo de disolución de espuma 7, de las vesículas, de ácidos arrastrados, las que vuelven a entrar en la tina por el tubo
130 8. Los gases que salen de dicho dispositivo por el tubo 9, se enfrían a la temperatura de 30° aproximadamente, en un condensador de agua 10, donde dejan cierta parte de su alcohol bajo la forma de una solución acuosa diluida, que pasa, por
135 el tubo 11 al depósito receptor 12. Los gases que quedan pasan luego, por el tubo 13, a una columna de lavado 14, donde circulan a contra-corriente con relación al disolvente, constituido, por
140 ejemplo, por agua fría. Esta columna es alimentada de disolvente, de una manera continua, por el tubo 15 que viene a parar a su parte superior.



2
145 En la base de esta columna, se recoge una solución alcohólica que corre al recipiente 12, por los tubos 16 y 11,

150 Los gases que se escapan por la parte superior de la columna 14, se saturan de agua, pero ya no contienen alcohol, dan vuelta por el tubo 17, al efectuár la aspiración el ventilador 3 y vuelven a entrar así en el circuito, con una cantidad de olefina fresca correspondiente al alcohol formado, introducida por el tubo 18.

155 Se mantiene constante la proporción de olefina de la atmósfera gaseosa de la tina, haciendo, eventualmente, una purga continua de los gases, por el tubo 19.

160 La cantidad de agua de lavado se regula de tal forma, que se recoge, en la parte inferior de la columna 14, una solución alcohólica de una proporción suficientemente elevada (superior a 5% por ejemplo), a fin de no aumentar desmesuradamente los gastos de concentración ulterior. La altura de la columna 14 se determina en función del caudal de agua, para que el gas que sale en 165 17, esté, lo más posible, exento de alcohol.

170 La columna de lavado puede ser de un tipo cualquiera, de relleno, de platillos perforados, o de casquetes. No se sale del marco del invento utilizando cualquier otro tipo de columna o cualquier otro aparato de lavado.

Además se puede operar a una presión diferente de la presión atmosférica.

175 La ventaja de este modo de operación resalta claramente por el ejemplo siguiente, no limitativo.

Ejemplo 1.



28

En un baño constituido por una tonelada de ácido sulfúrico al 60% y calentado a 100°, se hace circular 1000 m³ por hora, de propileno.

180

Se absorbe, así, 24.3 m³ por hora de propileno proporcionado a la temperatura ordinaria, lo que corresponde a la formación de 56,7 kg/hora de isopropanol. Por enfriamiento de los gases a 30°

185

se retira 130 litros por hora de solución de isopropanol al 90%, o sea, 11,7 kg de alcohol (o sea solamente 20% del isopropanol total). Por lavado de los gases después de esta primera separación

190

lavado que se efectúa en una columna de 12 platos rociados con 800 litros por hora de agua a 20°, se retira todavía 45 kg de alcohol (o sea 80% del isopropanol formado).

195

En lugar de hacer preceder el lavado, de una separación preliminar por condensación, se puede suprimir el condensador 10 y calcular la columna 14 de tal suerte, que trabaje sola, como un condensador por mezcla, en ese caso sirve, a la vez, para enfriar los gases, para condensar los vapores y para extraer el alcohol.

200

Sin embargo, la cantidad de agua de lavado que se tiene que utilizar normalmente para obtener en la parte inferior de la columna una solución alcohólica de proporción suficientemente elevada, sería demasiado débil para "extinguir" el excedente de calorías transportadas por los gases y los vapores. Es ventajoso, por lo tanto, utilizar para ese fin la solución alcohólica misma según el dispositivo abajo descrito y representado en la figura 2 del dibujo anexo:

205

210

En la parte superior de la columna de lavado 14, se introduce por el tubo 15, una cantidad conveniente de disolvente (agua por ejemplo)



que circula a contracorriente con relación a los gases y vapores procedentes de la tina de reacción (no representada) y que penetran en 9 en la columna.

215 La solución alcohólica que sale, de la base de la columna por el tubo 16, vuelve a ser tomada por una bomba 20, enfriada en el dispositivo de cambio 21 y enviada nuevamente en 22, a la columna. Esta solución alcohólica circula, así, en circuito cerrado, en la zona, inferior de la columna de lavado, donde asegura el enfriamiento de los gases. Una parte de esta solución es retirada a la velocidad deseada, en un punto cualquiera del circuito, por ejemplo, por el tubo 23 que está provisto de un grifo 24, o con preferencia, antes del enfriamiento, por el tubo 25 que está provisto de un grifo 26, mientras los gases agotados de alcohol, salen por la parte superior de la columna de lavado, por el tubo 17, para ser enviados nuevamente al circuito, como se ha descrito precedentemente.

Los dos ejemplos siguientes, no limitativos, harán comprender bien la ventaja de este procedimiento de eliminación del alcohol.

235 Ejemplo 2.

En un baño constituido por una tonelada de ácido sulfúrico al 72% y calentado a 130°, se hace circular 1000 m³ por hora, de etileno y así, se forma 11 kg, por hora de alcohol etílico.

240 Haciendo pasar los gases que salen de la tina a una columna regada por agua y que trabaja como un condensador por mezcla, se retira los 11 kgs de alcohol bajo la forma de una solución al 5% G.L, mientras que si se hubiera operado por simple enfriamiento, de los gases a



30º, no se habría separado sino 4,8 kgs. de alcohol,

Ejemplo 3.

250 En un baño constituido por una tonelada
de ácido sulfúrico al 60% y calentado a 100º, se hace
circular 1000 m³ por hora de propilenos que salen
cargados de 54 kgs de isopropanol. Esos gases
se lavan con 500 kgs por hora de butil-cresol en
la columna de lavado 14, de cuya parte inferior
255 se retira una solución al 10% de isopropanol, que
se separa del butil-cresol por destilación.

Esta solicitud que corresponde a la pre-
sentada en Francia el 7 de Septiembre de 1938 bajo
el número 435,136 se acoge a los beneficios del
260 artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad In-
dustrial.

-o- N O T A -o-

Los puntos de Invención propia y nueva
que se presentan para que sean objeto de esta Pa-
tente de Invención en España por VEINTE años, son
265 los siguientes:

1º - Un procedimiento de hidratación
de las olefinas, por inversión de la olefina a
tratar en un baño de hidratación y separación del
270 alcohol arrastrado, antes del retorno de los gases
al circuito, caracterizado en que se separa el
alcohol formado, por lavado de los gases mediante
unos disolventes apropiados.

2º - Un procedimiento según lo reivindi-
275 cado en el punto 1º, caracterizado en que el di-
solvente utilizado es el agua pura.

3º - Un procedimiento según lo reivindi-



280 cado en el punto 1º, caracterizado en que se utiliza como disolventes unos cuerpos orgánicos que tienen una gran afinidad con los alcoholes, tales como los cresoles y sus homólogos los alcoholes pesados como el ciclohexanol, el glicol, la glicerina.

285 4º - Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1º, caracterizado en que se utiliza como disolventes unas soluciones acuosas de sales que presentan cierta afinidad con los alcoholes que se han de separar, tal como el cloruro de calcio,

290 5º - Un procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado en que al lavado de los gases se le hace preceder de una refrigeración a fin de separar parcialmente el alcohol, por condensación.

295 6º - Un procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos 1º al 4º, caracterizado en que cuando son sometidos los gases directamente al lavado sin una refrigeración previa, se absorbe el excedente de calorías que contienen, por circulación forzada, a través de esos gases, de la solución alcohólica misma proveniente del lavado, convenientemente enfriada.

300

7º - Un procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado en que se opera a una presión diferente de la presión atmosférica.

305 8º - Un procedimiento de hidratación de las olefinas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

310 Esta Memoria consta de once hojas es-

2



critas por una sola cara.

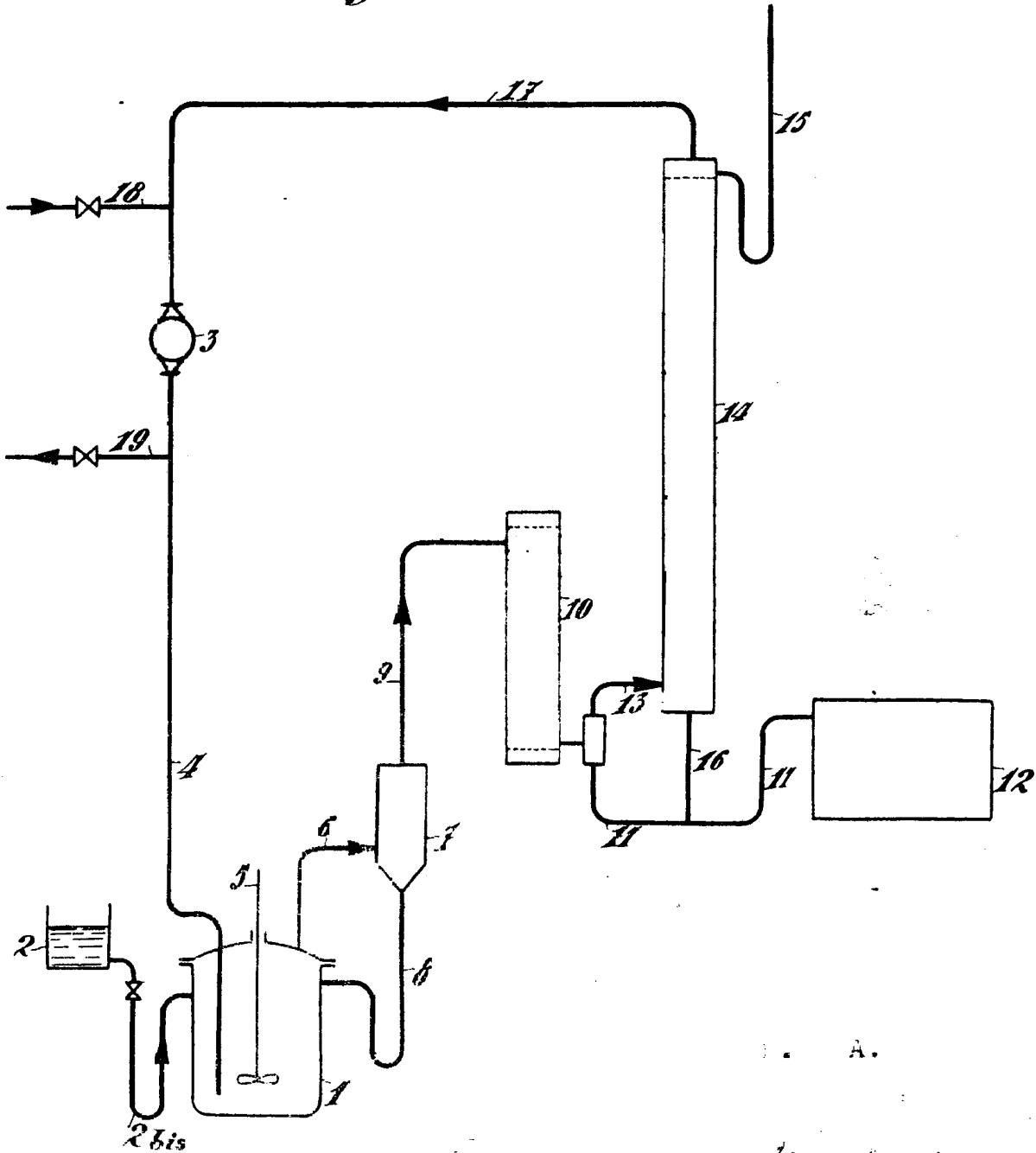
Madrid 2 SEPT. 1939

P. A.

J. P. M. Alcazar



Fig. 1



A.

L. Meyer

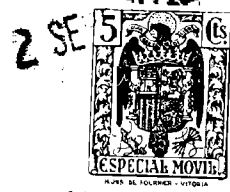
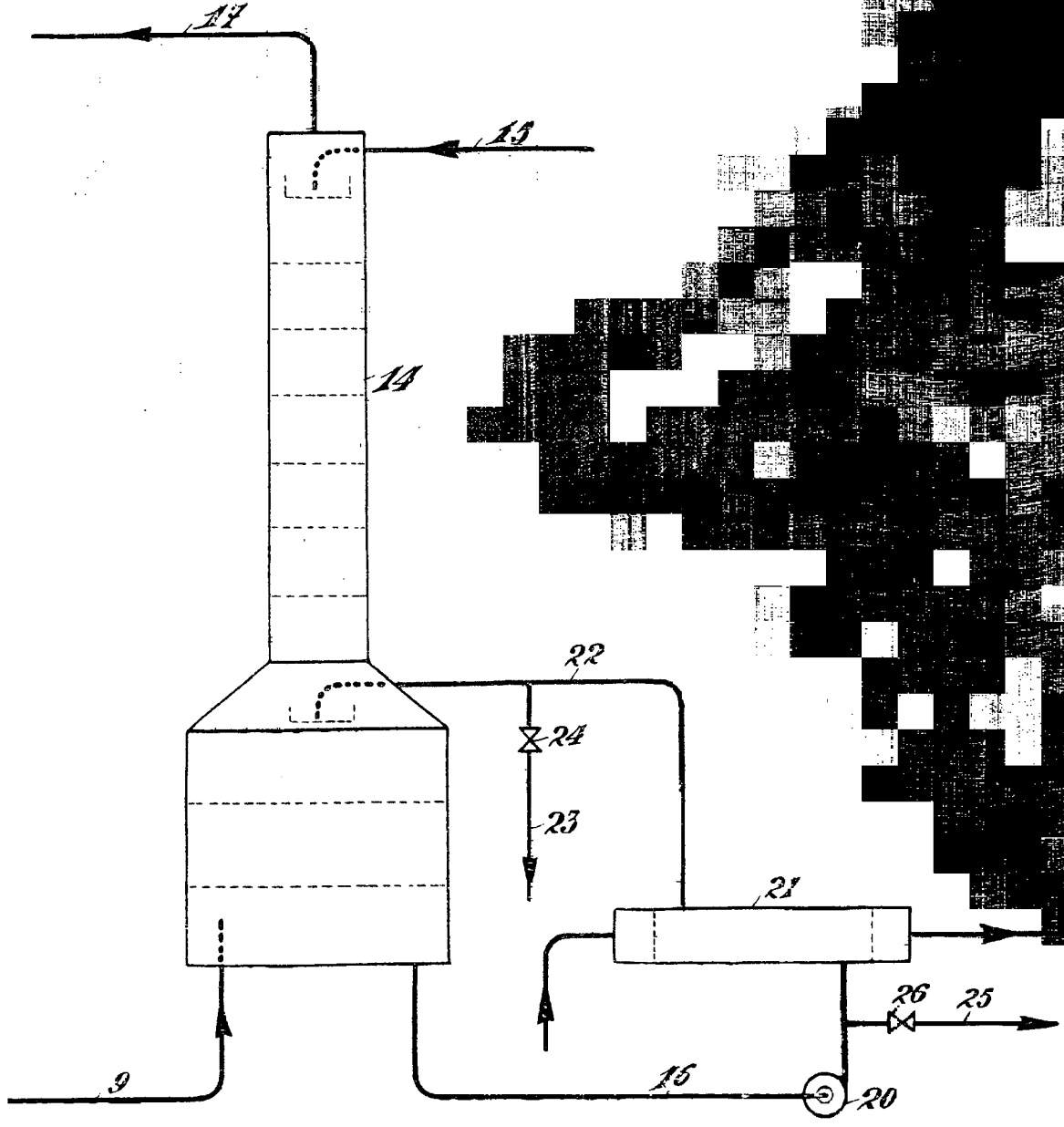


Fig. 2



F. H.

J. H. Allen