

PATENTE DE INTRODUCCION.

CAS 30/34.



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento y aparato para la deshidratación
"de alcohol etílico impuro".

SOLICITANTES: LES USINES DE MELLE, residentes en: Saint-Leger-
les-Melle (Deux Sevres), Francia.

5. El procedimiento y el dispositivo para la deshidratación de alcohol etílico, empleando la destilación azeotrópica en su forma conocida, no resultan aplicables si el alcohol a tratar contiene determinadas impurezas que, a la larga, se acumulan en la columna principal. Estas impurezas trastornan el desarrollo normal de la deshidratación e impiden ulteriormente la continuación del procedimiento.

10. En estos casos será preciso eliminar las impurezas molestas por medio de una rectificación previa, lo cual representa gastos considerables. Además, esta rectificación previa resulta ineficaz en algunas impurezas de difícil eliminación, como p.ej. el alcohol metílico.

La presente invención se refiere a un procedimiento y un aparato, con los que se puede prescindir de la rectificación



15. previa, permitiendo la deshidratación directa del alcohol técnico, impuro.

1ª Parte.

20. Las impurezas que se han tenido en cuenta en esta primera parte de la presente memoria, tiene las siguientes cualidades características:

Son más fácilmente volátiles que alcohol y, en general, solubles en agua o, por lo menos, son incapaces de formar, ya sea con agua, o bien con alcohol, mezclas binarias con un mínimo de punto de ebullición.

25. A estas materias, que tienen las cualidades características citadas, pertenecen por ejemplo: el aldehído acético, éter, acetona, formiato etílico, alcohol metílico.

30. Antes de entrar en la descripción del procedimiento según la presente invención, queremos describir sucintamente el procedimiento ya conocido para la deshidratación de alcohol puro, tal como se emplea actualmente.

35. El alcohol que contiene agua llega a través de la tubería a (fig. 1) a la columna A que recibe calefacción por medio de un serpentín de vapor indirecto. Los vapores formados se condensan en el condensador C; una parte del líquido caliente vuelve por la tubería e a la columna A y el resto corre a través del refrigerador C' al separador D, donde se divide en dos capas. Cada una de estas dos capas contienen las tres materias: agua, alcohol etílico y cuerpos de extracción.
40. Una de las capas, por ejemplo la superior, contiene en gran parte cuerpos de extracción; vuelve a través de la tubería r a la columna A. La otra capa, es decir en el ejemplo elegido la inferior, sigue tratándose sucesivamente en dos columnas auxiliares B y B'.



45. La columna auxiliar B, que recibe calafacción con el vapor indirecto del serpentín T, sirve para eliminar completamente el cuerpo extractor del líquido introducido; este cuerpo sale en forma de vapor con una pequeña cantidad de las otras dos materias, y vuelve a través de la tubería d a la columna principal A. Desde B llega a B'; por la tubería h, un líquido que se compone exclusivamente de agua y alcohol.

50. La columna auxiliar B', igualmente calentada por medio de vapor indirecto, cede en su extremo superior el alcohol concentrado, conducido a la columna principal A, a través de la tubería k, y en el extremo inferior se seca el agua acumulada.

55. El alcohol concentrado se saca de A por la tubería p.

A continuación queremos indicar, a título de ejemplo, la deshidratación de alcohol etílico que contiene como impureza un 5% de alcohol metílico. Si se efectúa la deshidratación en la forma corriente, el alcohol metílico no podrá salir de la columna A. No se une, ni con el alcohol absoluto que corre hacia el fondo de la columna A, ni tampoco con el agua que sale del fondo de la columna auxiliar B'. Por consiguiente, se acumula en la parte superior de la columna A, perturbando allí la composición de la mezcla ternaria de vapores. Con ello, se impide por lo pronto la separación en el separador D y queda parada del todo al cabo de cierto tiempo, haciendo imposible la deshidratación del alcohol.

60. El procedimiento y el aparato según la presente invención permiten, en cambio, la eliminación del alcohol metílico.

65. Se ilustrará la invención por medio de la descripción siguiente, basándonos también en los adjuntos dibujos.

70. En fig. 2 se representa, con líneas llenas, el dispositivo para una de las ejecuciones de la invención; la parte ya conocida



75. del aparato está punteada. (véase también la fig. 1.)

Fig. 3 representa también una variante de ejecución, en la misma forma.

Según la primera forma de ejecución, se saca por la tubería 1 una parte de la capa de líquido (en el ejemplo elegido, la inferior), en la que el alcohol metílico está presente con exceso; este líquido se conduce a la parte inferior de la columna 2, calentada por vapor indirecto. La mezcla, destila, formando el alcohol metílico y el cuerpo extractor una mezcla binaria azeotrópica que se reparte en la columna, comprimiéndose en el condensador 3. Una parte vuelve por la tubería 4 a la columna 2, con objeto de obtener una concentración de los vapores, y el resto sale por la tubería 5 a una columna de lavado 6. Esta columna recibe desde arriba un riego de agua que llega desde el depósito 8 por la tubería 7. El agua disuelve el alcohol metílico y forma con el mismo una capa inferior de líquido, el fondo del recipiente 6. El cuerpo extractor flota sobre el líquido y vuelve por la tubería 9 a la columna 2. Desde el fondo de la misma, el líquido, al que ya se ha extraído la mayor parte de alcohol metílico, llega por la tubería 10 nuevamente a la columna A y allí vuelve a tomar parte en el circuito.

La mezcla de alcohol metílico y agua en el fondo del recipiente 6 corre a través de la tubería 11 a la columna 12, donde se procede a la separación de los dos líquidos. El alcohol metílico sale por la tubería 13 y el agua por el tubo 14.

De este modo se consigue como resultado final una eliminación continua del alcohol metílico, evitando así la acumulación del mismo en la parte superior de la columna A, garantizando en esta forma el proceso normal de la deshidratación.

El procedimiento resulta aún más sencillo, si en lugar de una impureza que forma con el cuerpo extractor empleado una mezcla binaria azeotrópica, existe una impureza que se separa



directamente en la parte superior de la columna 2. La columna de lavado 6 y la columna de destilación 12 son en este caso innecesarias.

110. Fig. 3 representa otra forma de ejecución del procedimiento. En este caso, se saca la totalidad de la capa líquida del separador D (en el ejemplo elegido se trata de la capa inferior), que contiene agua, alcohol etílico, cuerpo extractor y una gran parte de impurezas, por el tubo 20 hacia la tubería 21. Al mismo tiempo se hace entrar agua, desde un depósito 23, a la tubería 22. Los dos líquidos se mezclan en la tubería 25 que lleva un separador auxiliar 26. Allí se separa el cuerpo extractor en forma de capa superior y vuelve por la tubería 27 a la columna principal. La capa inferior (que se compone de agua, alcohol etílico y el alcohol metílico que forma la impureza) corre por la tubería 28 a la columna auxiliar B.

120. Los vapores que salen de la parte superior de esta columna auxiliar, se componen principalmente de la impureza formada por el alcohol metílico que se condensa y es sacado a través de la tubería 29.

Desde el fondo de la columna auxiliar B sale una mezcla de agua y alcohol etílico, y se trata esta mezcla en forma conocida en la columna auxiliar B'.

130. Si el alcohol etílico, cuya purificación se desea obtener contiene una mezcla de varias impurezas, en lugar de una sola, se lleva a cabo el procedimiento según fig. 2, y su variante según fig. 3, también en la misma forma, solo que se obtiene por la tubería 13 (fig. 2), o por la tubería 29 (fig. 3) una mezcla de las impurezas que se desea eliminar.

135.

2ª Parte.

En esta segunda parte queremos describir un procedimiento que permite simultáneamente la deshidratación y purificación de alcohol que contiene impurezas de diferente naturaleza, como



p. ej. ésteres, ácidos y demás residuos.

140. Por tanto, este procedimiento se podrá emplear especialmente para el alcohol bruto del mercado, así como para purificar alcohol que ya fué empleado como disolvente. Este procedimiento se lleva a cabo en la siguiente forma:

1. Se neutralizan los ácidos, saponificando al mismo tiempo los ésteres introduciendo determinadas cantidades de álcali en la parte superior de la columna principal, pero por debajo de la zona en la que, según el procedimiento descrito en el capítulo I, se separan las cabezas que eventualmente estén presentes, con objeto de evitar una resinificación de las mismas, y con ella el desagradable olor producido.

150. Las sales orgánicas que se formen quedarán disueltas en el alcohol y en la cola. Con ellos corren hacia el fondo de la columna y de allí se sacan. Si solo hay ácidos y ningún éster, se podrán neutralizar los ácidos a voluntad, mediante adición continua de cantidades adecuadas de álcali. Si no se efectúa esta neutralización, los ácidos se portarán como los productos de cola y se eliminarán con éstos, en la forma que más adelante se describe.

2. Los residuos que tengan un punto de ebullición más elevado que el alcohol, se componen en general de alcoholes superiores, acetal, aldol, crotonaldehído, bases furfurólicas, aminas, aldehídos grasos y ésteres pesados, saponificados, ácidos grasos volátiles y similares. Estas materias se eliminan, al acumularse durante la deshidratación por debajo del punto, donde se saca el alcohol etílico de la columna; a este objeto se prolonga la columna en algunos escalones hacia abajo.

165. Podrán sacarse de la columna, a voluntad, en estado líquido o gaseoso, por medio de un grifo, rectificándolas en una columna auxiliar, con objeto de eliminar el alcohol etílico.

15.10.18
15.10.18



170. Todos estos residuos son insolubles, o de difícil solución, en agua y forman por ello con él mismo mezclas que hierven constantemente y que pesan a menos de 100 °C. La presencia de pequeñas cantidades de agua rebaja, por tanto, el punto de ebullición, dificultando la separación de estas materias, de sus mezclas con

175. alcohol. Pero, una vez eliminada el agua, ya no se influye en su punto de ebullición, considerablemente más elevado que el del alcohol, ejerciendo todo su efecto en la destilación fraccionada.

Por ejemplo, alcohol isocamílico destila, en presencia de una pequeña cantidad de agua, a 95° C; en estado libre de agua en cambio, a 131 ° C. En el primer caso, el punto de ebullición solo es en 16'5°C más elevado que el del alcohol etílico; en el

180. segundo caso, la diferencia asciende a 63°.

El siguiente ejemplo, junto con la fig. 4 ha de servir para explicar esta segunda forma del procedimiento.

185. Una columna A de deshidratación, provista de todos los dispositivos auxiliares conocidos, se alimenta a través de la tubería a con alcohol bruto que contiene agua. Destilan el acetaldehído, acetona y alcohol metílico, en tanto estén presentes recuperándose según el procedimiento antes descrito, en la

190. parte punteada del aparato. El acetato etílico, que a menudo forma la impureza principal del alcohol, tiene la tendencia de acumularse en la parte media de la columna A. Con objeto de evitarlo, se introduce por la tubería 30, que entra en la columna algo por debajo de la tubería g, lejía de sosa cáustica concentrada

195. acuosa o alcohólica, repartiéndose sobre los escalones de la columna.

En el transcurso del procedimiento se neutralizan los ácidos, saponificándose los ésteres; las sales sódicas orgánicas que así se formen, se disuelven en alcohol y corren hacia el fondo de la columna, sacándose allí con los residuos. A este objeto se

200. prolonga la columna A en algunos escalones A'hacia abajo.



Se saca el alcohol etílico, en forma conocida, por la tubería p. La salida de los residuos brutos se efectúa a través de la tubería 32 hacia una columna auxiliar 33 que recibe en 34 calefacción por medio de vapor indirecto. Los vapores
 205. llegan al condensador 35; una parte vuelve a través de 36. El resto retorna a la columna principal, por la tubería 37.

Los residuos condensados, que contienen en solución las sales alcalinas orgánicas, se sacan totalmente en el fondo de la columna 33 por la tubería 38, o bien se eliminan, separados según
 210. su punto de ebullición, a diferentes alturas de la columna, por las tuberías 39, 40, etc.

Desde luego se ha propuesto ya (véase p. ej. la Revista para la Industria del Alcohol rectificado, 1903, N° 3, pag. 25 columna 2), adicionar álcali al alcohol que se desea destilar,
 215. con objeto de separar las ceras. En la rectificación hasta ahora practicada, el álcali adicionado, respectivamente las sales orgánicas formadas por esta adición, llegan al pie de la columna, cuya parte contiene principalmente agua, y las sales se disuelven en el agua.

En cambio, en el procedimiento según la presente
 220. invención, la lejía alcalina, respectivamente las sales orgánicas alcalinas formadas, corren realmente también hacia el pie de la columna; pero, según nuestro procedimiento, allí no hay agua, sino solamente alcohol, y no se podía simplemente prever que el
 225. procedimiento utilizado normalmente con la presencia de agua, pueda aplicarse sencillamente al procedimiento según la invención, en el que se obtienen las sales alcalinas en forma de sus soluciones alcohólicas.

N O T A.

30. Describa ampliamente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, se hace constar



que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle sin que por ello se altere el principio fundamental del invento, siendo lo que constituye la esencia del mismo y por lo que se solicita

235. Patente de Introducción por diez años en España; " Procedimiento y aparato para la deshidratación de alcohol etílico impuro"; caracterizándose por lo siguiente:

19.- Procedimiento para la deshidratación y purificación simultánea de alcohol etílico impuro por medio de destilación azeotrópica, caracterizado porque, con objeto de eliminar en forma continua las impurezas de punto de ebullición bajo (cabeza) de las dos capas del producto de destilación, compuestas en proporciones diferentes de alcohol, agua, cuerpo extractor y

240. cabeza, se devuelve la capa más pobre en cabeza en forma conocida a la destilación principal, se saca la capa más rica en cabeza parcialmente desde el separador hacia una columna auxiliar, separándola allí, en forma de por sí conocida, por medio de destilación y lavado del producto de destilación con agua, en

245. cuerpo extractor y mezcla de cabeza y agua, después de lo cual se hace volver el cuerpo extractor a la columna auxiliar, desde donde vuelve en forma concentrada a la destilación principal, mientras que se separa eventualmente la mezcla de cabeza y agua, en forma conocida, mediante destilación

250. repetida.

255.

20.- Procedimiento según reivindicación 1, para el caso de que la cabeza no forme con el cuerpo extractor mezcla binaria azeotrópica caracterizado porque toda la capa del producto de destilación, más rica en cabeza, se mezcla,

260. en la forma conocida para mezclas ternarias de alcohol, agua y cuerpo extractor, con tanta agua que el cuerpo extractor se separe en una capa especial, pudiendo reintegrarlo nuevamente a la destilación principal, mientras que se procede al fraccio-



265. namiento de la mezcla restante, ahora libre del cuerpo extractor en forma conocida en la columna auxiliar, escapándose las sabas en la parte superior y saliendo abajo alcohol etílico que contiene agua, siguiéndose su tratamiento, en forma conocida, en una segunda columna auxiliar.
270. 3a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2 para el caso de que el alcohol etílico, contenga, a más de jabón, bien otras impurezas de punto más elevado de ebullición, en tanto se coque, caracterizado por que se elimina la coque según forma de las reivindicaciones 1 y 2 consiguiendo las el proced. auxiliar estado libre de agua en la parte colas, que se saca inferior de la columna principal, a una columna auxiliar, separándose allí en alcohol etílico, que se reintegra a la columna principal, y residuo que sale al fondo y porque se saca el vapor de alcohol etílico puro por un tubo dispuesto en la parte central de la columna principal, condensándolo.
275. 4a.- Procedimiento según reivindicación 3, caracterizado porque, en el caso de componerse las colas de ácidos y ésteres de ácidos, o bien de ácidos solamente, se introduce álcali en la columna principal, con objeto de neutralizar los ácidos y saponificar los ésteres, sacándose las sales orgánicas que así se forman por el fondo de la columna.
280. 5a.- Aparato para llevar a cabo el procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque se combina el separador del dispositivo conocido para la destilación azeotrópica, con una columna auxiliar, unida a una columna de lavado como recipiente tubular, que puede alimentarse en forma continua con agua y porque desde la parte inferior de esta columna de lavado arranca una tubería hacia otra columna auxiliar, llevando en su parte superior una tubería de retorno que conduce a la primera columna auxiliar, cuya parte inferior está provista de una segunda tubería, por lo que se establece la comunicación con el aparato principal.
285. 290. 295.



300. 6^a.- Aparato para llevar a cabo el procedimiento según reivindicación 2, caracterizado porque se dispone una tubería que arranca desde la parte superior o inferior del separador, uniéndose a una segunda tubería que sale de un recipiente y conduciendo hacia un segundo separador, provisto de otras dos tuberías que conducen hacia la columna principal, así como a la columna auxiliar, respectivamente.

305. 7^a.- Aparato para llevar a cabo el procedimiento según reivindicación 3, caracterizado porque se unen los dispositivos de las reivindicaciones 5 o 6 con una columna auxiliar, conectada a la parte inferior de la columna principal, y porque el condensador de dicha columna auxiliar está igualmente unido a la columna principal.

310. 8^a.- Aparato según reivindicaciones 5, 6 o 7 caracterizado porque una tubería que termina en la columna principal sirve para la llegada de lejía alcalina.

315. "Procedimiento y aparato para la deshidratación de alcohol etílico impuro"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los dibujos que se acompañan.

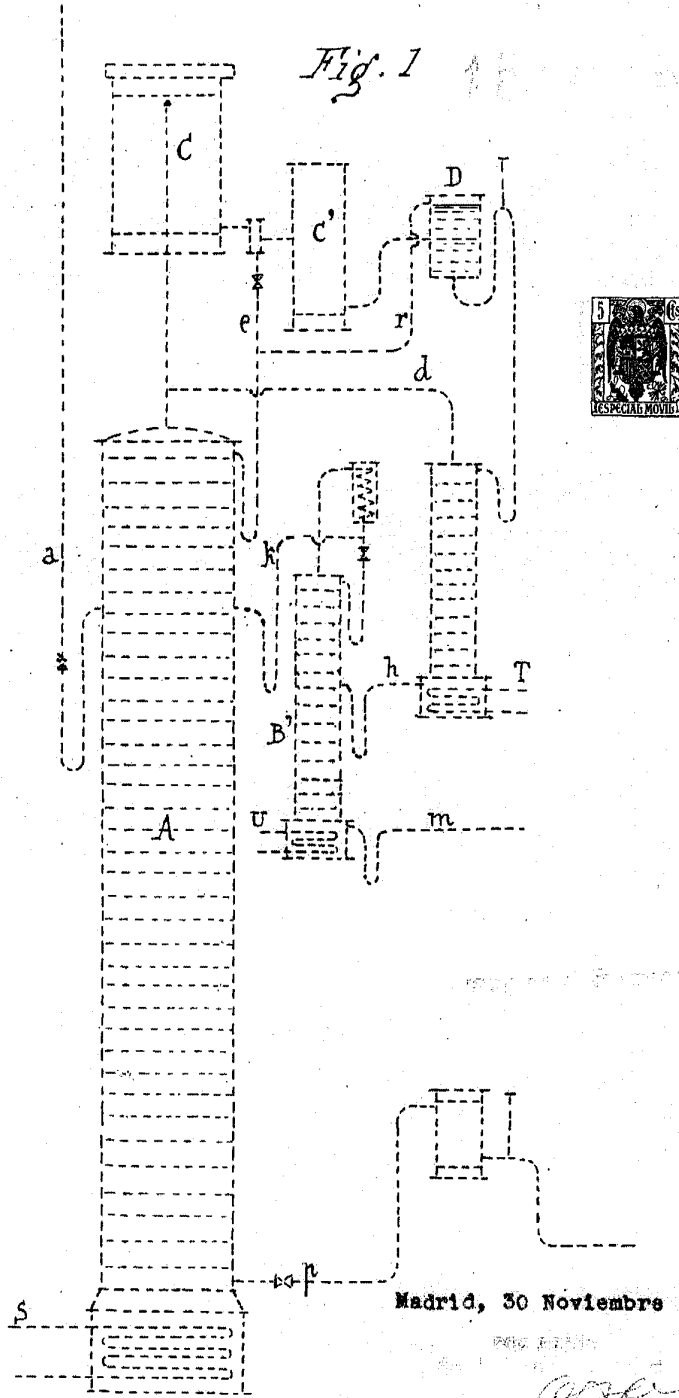
Esta memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 30 Noviembre 1940.

LES USINES DE MELLE,

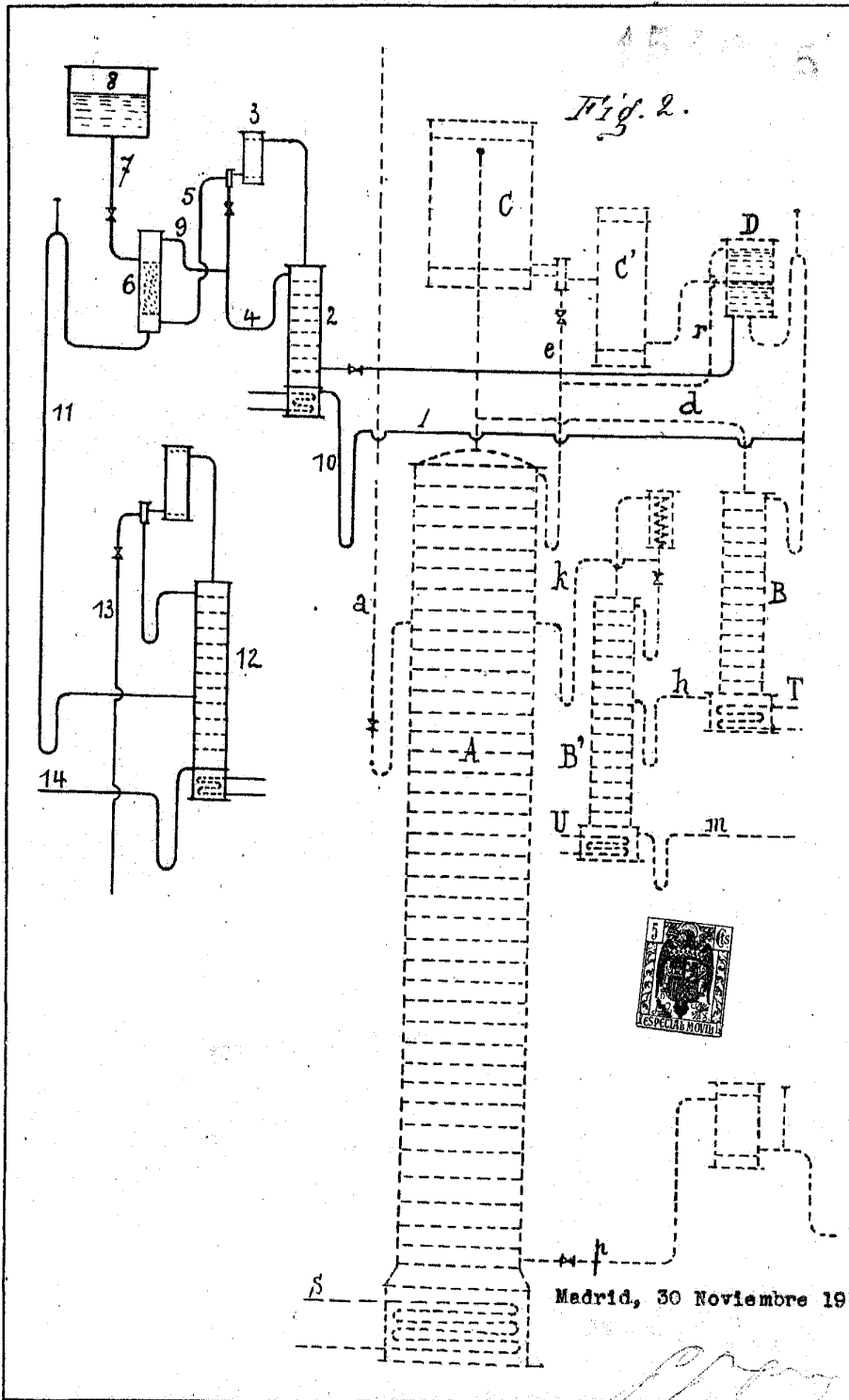
Ing. de Ind. y Arqu. de Ind.

Fig. 1



Madrid, 30 Noviembre 1940.

[Handwritten signature]



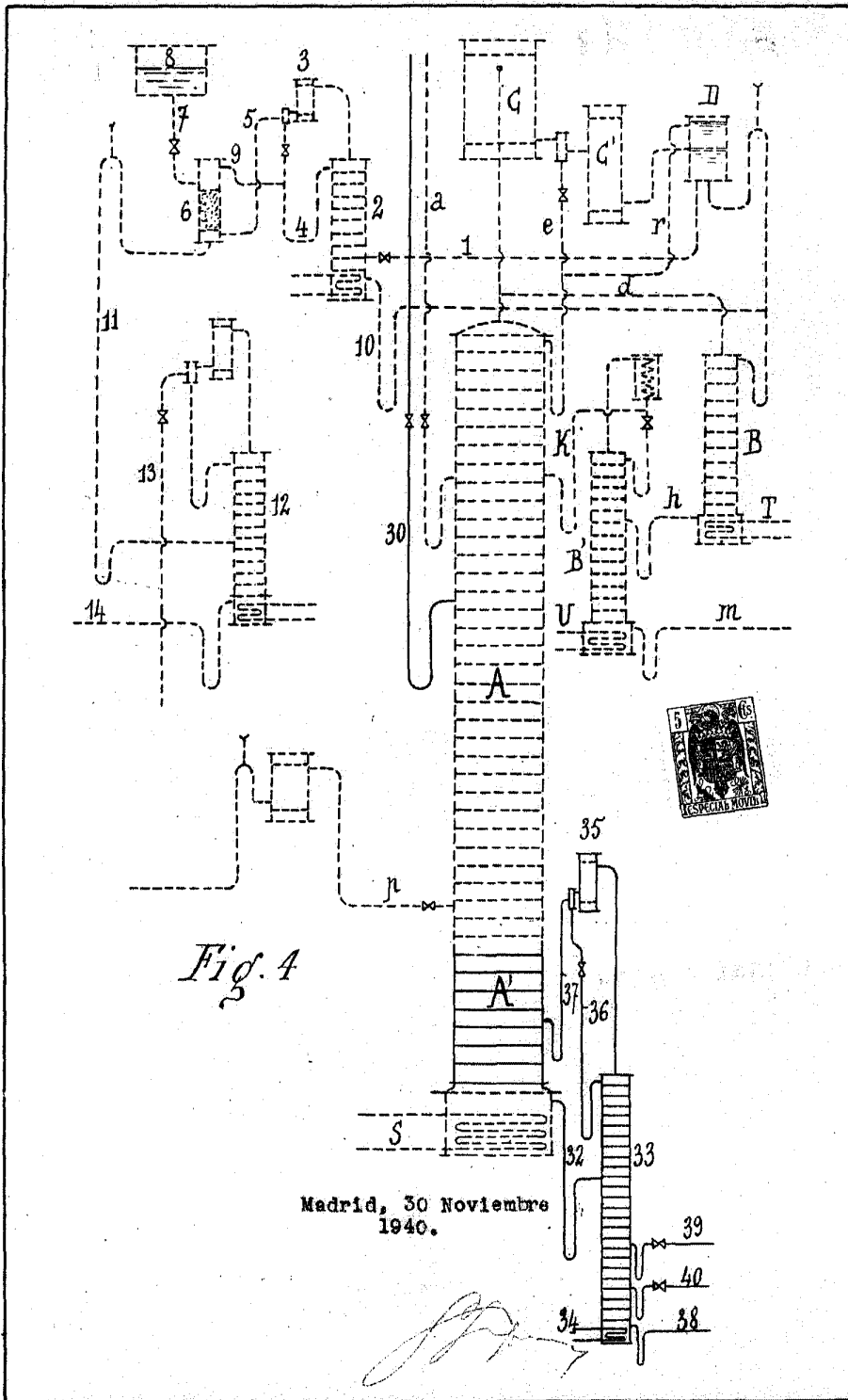


Fig. 4

Madrid, 30 Noviembre
1940.