

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA

165369
165369

descriptiva sobre "Un procedimiento de separación de mezclas ternarias
en sus elementos".

POR

LES USINES DE MELLE.

Inventores: MAURICE MAINÇON y Maurice MENTION, ambos de nacionali-
dad francesa.

DE

Saint-Leger-les-Melle

Deux Sevres, Francia.



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Un procedimiento de separación de mezclas ternarias
"en sus elementos".

Solicitantes: LES USINES DE MELLE, domiciliados en Saint-Léger-les-
Melle, Deux-Sèvres, Francia.

Inventores: Maurice MAINÇON y Maurice MENTION, ambos de nacionali-
dad francesa y domiciliados en Tapis Vert à Melle
(Deux-Sèvres) Francia.

Sucede con frecuencia en la práctica industrial,
que ha de separarse en sus elementos una mezcla ternaria
líquida, que comprende un diluyente C, un cuerpo (o grupo
de cuerpos) B soluble en C y un cuerpo (o grupo de cuerpos)
5. A, que aunque poco soluble en C, existe en cantidad aprecia-
ble en la mezcla, gracias a la presencia del constituyente
B que juega el papel de elemento de unión.

El diluyente C está con frecuencia constituido
por agua; así pues, para mayor claridad en la exposición
10. nos referiremos en lo que viene a continuación al caso de
diluciones acuosas de A y de B, sobrentendiéndose que el
invento tiene aplicación muy general y que puede aplicarse
cualquiera que sea la naturaleza del diluyente C.

765369



- 2 -

15. El problema que se presenta por lo general consiste en separar cada uno de los cuerpos (o grupos de cuerpos) A y B en estado puro o por lo menos en forma de solución acuosa pura. Para resolver este problema puede intentarse proceder a dos extracciones sucesivas utilizando disolventes selectivos para cada uno de los dos productos A y B.
20. Sin embargo, en la práctica es casi imposible hallar un disolvente perfectamente selectivo, es decir, capaz de no extraer de la mezcla mas que uno de los constituyentes con exclusión del otro. En realidad, la extracción
25. arrastra siempre una determinada fracción del segundo constituyente de donde resulta ya sea una pérdida de rendimiento si el segundo constituyente es el producto deseado, o bien la obligación de recurrir, para separar los dos constituyentes extraídos, a otros métodos que son con frecuencia incómodos y costosos.
- 30.

- Para fijar mejor las ideas, se citará el caso de los jugos piroleñosos en los que el ácido acético (y sus homólogos) representa el producto B y los alquitranes el producto A. El problema que se plantea industrialmente consiste en separar el ácido acético y los alquitranes. Ahora bien, se sabe que no existe un disolvente absolutamente selectivo para uno u otro de estos dos componentes. La Sociedad solicitante ha
35. preconizado en su patente francesa n.º 679.442 de 27 de julio de 1929, el desalquitranado previo del jugo piroleñoso por medio de butilcresol, pero este disolvente
40. arrastra siempre al mismo tiempo que los alquitranes en sí, una proporción no despreciable de ácido acético lo que obliga a efectuar una desacidificación ulterior bastante incómoda de los alquitranes obtenidos. La
45. misma patente dispone otro modo de proceder que consiste en utilizar por una parte para el desalquitranado y, por otra parte para la extracción del ácido acético, un



50. disolvente común que tenga una afinidad más grande para los alquitranes que para los ácidos, efectuándose las dos extracciones con dosis diferentes de disolvente. Este método, todavía más que el anterior, conduce a la obtención de alquitranes con impurezas de ácido cuya eliminación es difícil.
- 55.5 El presente invento tiene por objeto un procedimiento de extracción que permite evitar estos inconvenientes y realizar fácilmente y con poco gasto la separación perfecta de los constituyentes de valor de la mezcla tratada.
60. Según el presente invento, en lugar de buscar un disolvente tan selectivo como sea posible, se elige para extraer el cuerpo menos soluble A, un disolvente S que posea con relación a este compuesto, un coeficiente de extracción elevado, pero que pueda, sin inconveniente, tener igualmente con respecto al cuerpo B, un poder
65. disolvente apreciable. Se obtiene así un extracto que está constituido por el disolvente S cargado de la totalidad del cuerpo A, el menos soluble en el agua, y que encierra además una determinada proporción del cuerpo soluble B.
70. Este extracto se trata después, según la característica esencial del presente invento, a contra-corriente en un aparato apropiado, con una determinada proporción del tercer constituyente C de la mezcla ternaria, en la especie del agua, para extraer la pequeña cantidad de cuerpo B que
75. contiene. Se obtiene así, finalmente, por una parte una mezcla de disolvente B y de producto A más o menos hidratado pero completamente exento de B, y por otra parte, una solución acuosa de B con más o menos impurezas de A y de disolvente S. Esta última mezcla puede enviarse de nuevo
80. a la primera extracción al mismo tiempo que la mezcla ternaria bruta a tratar.

En cuanto a la solución acuosa del cuerpo B, exent



de A que constituye el residuo de la primera extracción, se puede, si se desea, separarla en sus elementos, por ejemplo por extracción por medio de un disolvente conveniente.

El adjunto dibujo representa en esquema un aparato que permite realizar el presente invento.

En este dibujo, 1, 2 y 3 representan dispositivos de extracción de un tipo cualquiera que funcionan a contra-corriente. Se utilizará de preferencia baterías de extracción de varios elementos, cuya metodicidad en el funcionamiento las hace preferibles a las sencillas torres de lavado. Los órganos 4 y 5 son separadores que pueden ser columnas de destilación.

El funcionamiento del aparato es como sigue:

La mezcla ternaria bruta que se ha de separar se introduce por M en la batería 1, que recibe por su otra extremidad una corriente de disolvente S insoluble en el diluyente C y que tiene una gran afinidad con el producto A. Se obtiene así un extracto E^1 compuesto de disolvente S, de la totalidad del cuerpo A, el menos soluble en C, de una parte del cuerpo B y de un poco de disolvente C. Este extracto se admite en la batería 2, alimentada a contra-corriente por un diluyente C y en la que se desprende completamente de B. Salen de este aparato, por una parte un extracto E^2 que contiene la totalidad del cuerpo A, completamente exento de B, pero que encierra una determinada proporción de disolvente S, que se elimina mediante una simple calefacción, y por otra parte un líquido L^2 , que encierra los tres constituyentes iniciales y que son enviados de nuevo a la alimentación de la batería 1.

En la otra extremidad de esta batería se derrama un líquido L^1 constituido por una solución de B en C completamente desprendido de A y que contiene en

165369

- 5 -



- disolución una determinada cantidad de disolvente S. Este líquido, después de haber quedado libre de disolvente S en el aparato 4, se trata en la batería 3, por un disolvente T para extraer el cuerpo B. Se obtiene, por una parte, un extracto E³ que encierra la totalidad del cuerpo B y donde se recupera este último en estado puro por los medios conocidos y, por otra parte, un líquido L³ constituido por un diluyente G saturado de disolvente T, pero enteramente libre de A y de B. Después de haberse eliminado el disolvente T en el aparato 5, se puede utilizar con ventaja una parte del diluyente residual G como disolvente en la batería 2, en lugar de diluyente puro.
- 120.
- 125.
130. En determinados casos se puede utilizar el mismo disolvente en las baterías 1 y 3. En este caso la separación previa del disolvente S en la columna de destilación 4, se hace evidentemente innecesaria.
- EJEMPLO 1.
135. Se trata de separar los ácidos alifáticos y los alquitranes contenidos en los jugos piroléñosos. Contrariamente a los métodos anteriormente propuestos, el presente procedimiento permite obtener, sin dificultad, un alquitrán perfectamente desacidificado. A este objeto, se emplea como disolvente S en la batería 1, el acetato de etilo en razón de 20 volúmenes por 100 volúmenes de jugo piroléñoso. El extracto obtenido (unos 20 volúmenes) se desacidifica después completamente en la batería 2 por extracción por medio de 15 volúmenes de agua. Se obtiene en E² alquitrán perfectamente desacidificado, que contiene una determinada proporción de acetato de etilo, que una sencilla calefacción permite eliminar. El líquido L² que sale de la batería 2 y que está constituido por una mezcla de tres constituyentes iniciales de piroléñoso se envía de nuevo por M a
- 140.
- 145.
- 150.

165369

- 6 -



la alimentación del piroleñoso bruto.

155. Por lo que afecta al líquido L^1 que sale de la batería 1 y que está constituido por el jugo piroleñoso desalquitranado, se trata en 3 para extraer el ácido por un disolvente T (unos 200 volúmenes por 10 volúmenes de jugo piroleñoso desalquitranado), que podrá ser también el acetato de etilo. En este caso, el separador 4 es innecesario. Se obtiene en E3 una mezcla hidratada de acetato de etilo y de ácido acético que se deshidrata por el método habitual, mientras que en L^3 se derrama el piroleñoso desacidificado y desalquitranado, saturado de acetato de etilo. Después de la separación de este último cuerpo en 5, se utiliza una parte del piroleñoso desacidificado y desalquitranado en lugar del agua pura, como agente de lavado en la batería 2.

EJEMPLO 2.

170. En la fabricación del furfurool por ebullición de pentosanas en soluciones diluidas de ácido sulfúrico, se obtiene después de la ebullición una solución acuosa que contiene el furfurool formado, el ácido sulfúrico restante y ácidos orgánicos (acético y fórmico) que se han formado durante la operación de deshidratación de las pentosanas.

175. Cuando se quiere extraer el furfurool de estas soluciones por medio de un disolvente, se comprueba que la mayor parte de los disolventes que poseen un coeficiente de extracción elevado para el furfurool, extraen al mismo tiempo cantidades apreciables de ácidos orgánicos. El presente invento tiene también en este caso, una aplicación importante.

180. La batería 1 se alimenta por el producto bruto del que se quiere extraer el furfurool y recibe, por otra parte, a contra-corriente, un disolvente como la butirona, a razón de 20 volúmenes por 100 volúmenes de producto;

165369



- 7 -

185. el extracto E¹ (unos 20 volúmenes) que contiene la totalidad del furfural y una parte de los ácidos acético y fórmico, se lava con 20 volúmenes de agua en la batería 2, lo que permite obtener en E² una mezcla de butirona que no contiene ácidos. En cuanto al líquido L1 que
190. sale de la primera batería y que está completamente exento de furfural, es enviado a la batería 3, donde un lavado a contra-corriente por la butirona permite la extracción total de los ácidos orgánicos.

EJEMPLO 3.

195. En el procedimiento de la sacarificación de la celulosa por el ácido fórmico concentrado, descrito en la patente francesa n.º 691.350 de 14 de Mayo de 1929, se obtiene después de la sacarificación una solución acuosa que encierra los azúcares formados así como una
200. fuerte proporción de ácido fórmico. A primera vista esta mezcla no responde a la definición dada al principio de la presente descripción, puesto que los azúcares son solubles en el agua en todas sus proporciones, lo mismo que el ácido fórmico. Sin embargo, esta identi-
205. dad de solubilidad no es más que aparente, y, en realidad, estas dos clases de cuerpos presentan coeficientes de extracción muy diferentes con relación a los disolventes. El presente invento se aplica, pues, igualmente, a la separación de estas mezclas.
210. La extracción del ácido fórmico (producto A) de esta solución puede realizarse por un disolvente apropiado tal como el éter sulfúrico o los derivados del tetrahidrofurano, pero si se opera por los métodos de extracción habituales, una parte del azúcar (producto B)
215. es extraído por el disolvente al mismo tiempo que el ácido fórmico mismo.

La aplicación del presente invento permite eliminar completamente el azúcar contenido en el ácido



220. fórmico, gracias a un lavado con agua del extracto en una batería a contra-corriente.

En este caso particular, el aparato se compone solamente de las baterías 1 y 2. La batería 1 es alimentada por una parte por el líquido a tratar y, por otra parte, por el éter sulfúrico, (200 volúmenes por 100 volúmenes

225. de la mezcla). Se obtiene como extracto E¹ del éter que contiene la totalidad del ácido fórmico, agua y un poco de azúcar, y como residuo L¹, agua azucarada libre de ácido fórmico. El extracto E¹ (220 volúmenes) se introduce en la batería 2 que recibe por otra parte a contra-

230. corriente una cantidad reducida de agua (10 volúmenes). De esta batería 2 sale un extracto E² que contiene solamente ácido fórmico y un poco de agua, pero libre de azúcar, mientras que el líquido L² que contiene el azúcar recuperado así como el ácido fórmico y el disolvente

235. vuelve a la alimentación de la batería 1. / La batería 3 no se precisa en este caso, puesto que el azúcar no puede separarse del agua por extracción. El líquido L¹ es pues enviado directamente a un aparato de concentración apropiado o utilizado como materia prima para una fermentación

240. de un tipo cualquiera.

Para mayor claridad en la exposición, en la descripción que antecede se ha hecho referencia al caso más general que es el de las soluciones acuosas de los cuerpos A y B. Sin embargo, se sobrentiende que el

245. invento abarca asimismo el tratar mezclas ternarias otras que no sean soluciones acuosas, des decir, en las que los cuerpos A y B, están disueltos en un diluyente C que no sea agua. En este caso, se utiliza, según queda descrito el producto C mismo como disolvente en la batería 2.

250. También entra dentro del alcance del invento el modificar la disposición de las baterías de extracción las unas con relación a las otras, con la condición de

165369



- 9 -

respetar los circuitos de líquidos representados en el dibujo.

255.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indica-

260.

das son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Francia con fecha 10 de mayo de 1943, n.º 479.076, acogién-

265.

dose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España:

" Un procedimiento de separación de mezclas ternarias de sus elementos"; caracterizándose por lo siguiente:

270.

1.º.- Un procedimiento de separación de mezclas ternarias en sus elementos, caracterizándose porque los líquidos están formados por un diluyente C que es por lo general agua, por un cuerpo (o grupo de cuerpos) B soluble en C y por un cuerpo (o grupo de cuerpos) A que es poco soluble en C, pero que existe en cantidad apreciable

275.

en la mezcla, gracias a la presencia del constituyente B que hace el papel de elemento de unión o que también es soluble en C, pero que actúa, con relación a los disolventes de extracción, como si fuera poco soluble, estando caracterizado, además, este procedimiento por el hecho de que la mezcla se desprende en primer lugar del producto A, mediante extracción por un disolvente S y porque el extracto obtenido se somete después a una extracción por medio del producto C mismo, a fin de eliminar el cuerpo B que encierra.

280.

285.

2.º.- Un procedimiento según reivindicación 1.º, caracterizado por el hecho de que la mezcla de B y C comple-

165369



290. tamento libre de A, que constituye el residuo de la primera extracción, se trata a su vez, después de eliminación eventual de las cantidades de disolvente S que encierra, con un disolvente T que dá un extracto que encierra la totalidad del producto B y que deja como residuo el cuerpo C con impurezas de disolvente.

295. 3º.- Un procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que se utiliza el mismo cuerpo como disolvente S y como disolvente T.

300. 4ª.- Un procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizándose por el hecho de que en la segunda extracción se utiliza como disolvente G el residuo de la tercera extracción, previamente limpio del disolvente T que encierra.

5ª.- Un procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que se actúa en baterías de extracción a contra-corriente de un tipo cualquiera.

305. "Un procedimiento de separación de mezclas ternarias en sus elementos"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

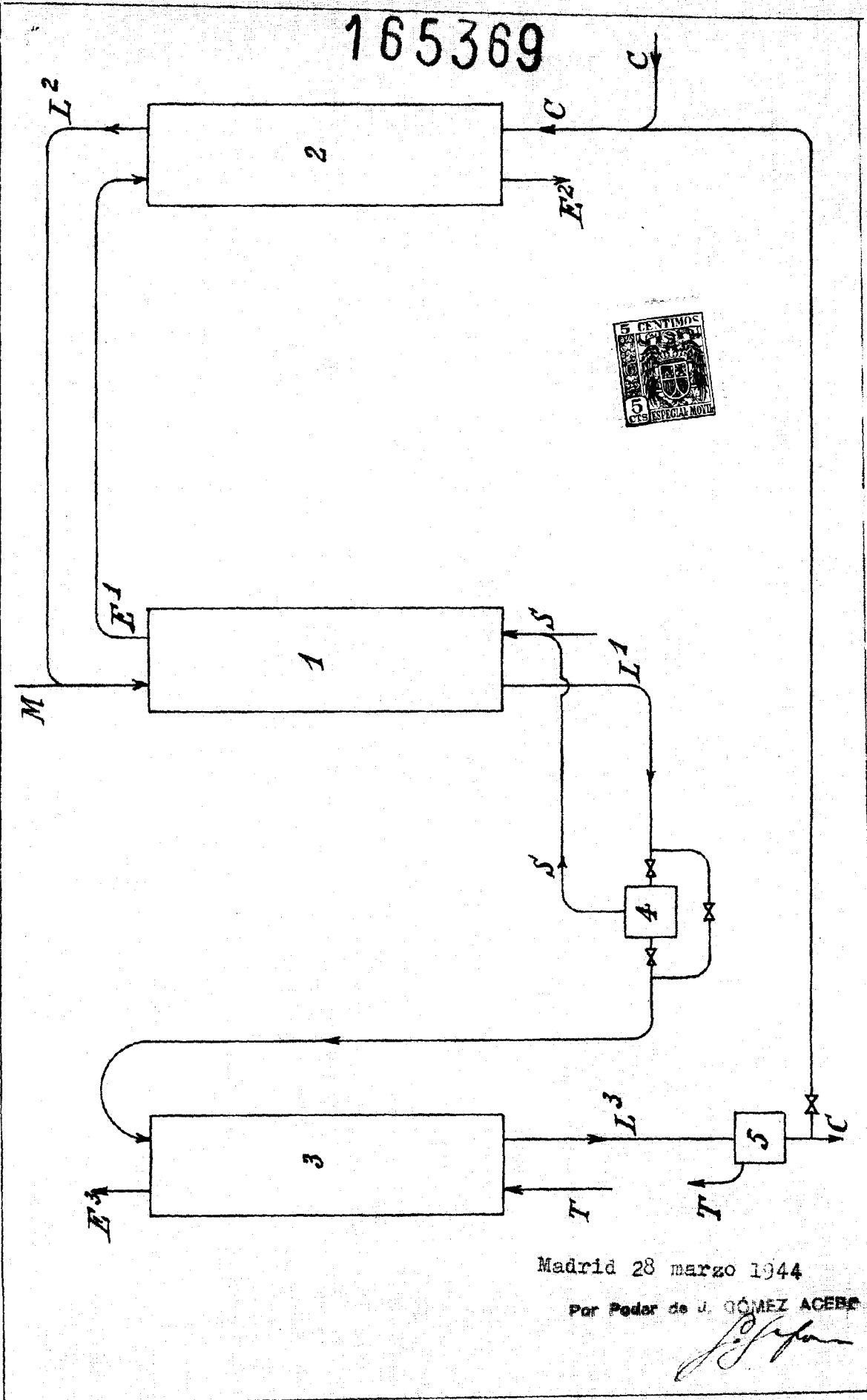
Esta memoria consta de diez hojas escritas por una sola cara.

Madrid 28 de marzo de 1944.

LES USINES DE MEILLE.

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO

165369



Madrid 28 marzo 1944

Por Poder de U. GÓMEZ ACEBO