

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



75613  
175613  
♦ 6 NOV. 1946

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 30, Rockefeller Plaza, Nueva York, N.Y. Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PURIFICAR UNA SOLUCION ACUOSA DE AZUCAR".

Este invento se refiere a un procedimiento perfeccionado de purificar soluciones acuosas que contienen azúcar.

Anteriormente se ha propuesto el uso de resinas de cambio de iones para purificar soluciones o zumos de azúcar, pero el uso de cambiadores de iones en la purificación de los zumos de azúcar no ha tenido completo éxito y por consiguiente se han abandonado las más de las tentativas para purificar zumo de azúcar por medio de cambiadores de iones. El fracaso del empleo de cambiadores de iones en la purificación de azúcar se atribuye a un número de factores. Uno de ellos es la concentración muy alta de impurezas a separar de los guarapos brutos, y acoplado con ésto la gran variedad de iones a sepa-



175613

rar, y esencialmente la gran variedad de impurezas ácidas. Debido a las diferentes fuerzas de los muy diversos ácidos contenidos en guarapos, los procedimientos anteriores sólo podían separar una proporción importante de los ácidos cuando los cambiadores de aniones se hacían funcionar hasta el punto en que solo se agotaban parcialmente, ya que los ácidos fuertes reemplazan a los ácidos más débiles que han sido absorbidos por el cambiador de aniones. Cuando el sistema se hace funcionar de esta manera, la cantidad de zumo de azúcar que se puede purificar durante una sola operación es tan pequeña que el coste de purificación resulta muy alto y la pérdida de almibar de azúcar en agua dulce y en agua de lavado de las resinas es también grande, y por tanto el procedimiento no es lo bastante económico para su empleo comercial.

Se ha propuesto ya, el uso de una serie de cambiadores de iones que comprenden una pluralidad de lechos de los mismos, pero hemos descubierto que para emplear tal sistema es necesario controlarlo con considerable cuidado y de acuerdo con los principios de este invento.

Un objeto del presente invento es ofrecer un procedimiento perfeccionado para la purificación de azúcar y más especialmente para purificar guarapos brutos.

Otro objeto del invento es ofrecer un procedimiento satisfactorio y económico para purificar guarapos por medio de materiales de cambio de iones.

Otro objeto del invento es ofrecer un método perfeccionado para el funcionamiento de un sistema de purificación de azúcar que supone el uso de materiales cambiadores de iones.



175613

Este y otros objetos se obtienen haciendo pasar una solución de azúcar acuosa impura por un sistema que comprende una serie de cambiadores de iones con una pluralidad de pares de estos cambiadores, uno de los cuales es una zeolita de hidrógeno y el otro un cambiador de aniones, haciendo que continúe el paso de la solución por el sistema mientras el pH del líquido que entra en el cambiador de aniones final es mayor del 2.9. Con preferencia el paso de la solución por dicho sistema se continúa sólo mientras el pH del líquido que sale del cambiador de aniones final es por lo menos 4. Si se ha de cristalizar azúcar de alta calidad partiendo de la solución de azúcar purificada es deseable que el líquido que entra en el cambiador de aniones final contenga menos de 600 p.p.m. (partes por millón) de ácido según se determina por valoración, y suponiendo que el ácido tiene un peso equivalente de 50, y también mientras dicho líquido entrante contiene menos de 50 p.p.m. de cationes, suponiendo que estos tienen un peso equivalente de 50.

El dibujo es un diagrama de paso que representa dos realizaciones de nuestro invento.

En la figura 1, el guarapo bruto pasa por un filtro de arena 1 o una centrífuga 3, y luego por un sistema 5 que comprende un cambiador de cationes C 1, un cambiador de aniones A 1, un cambiador de cationes C 2, un cambiador de aniones A 2, un cambiador de cationes C 3, un cambiador de aniones A 3, un cambiador de cationes C 4, y un cambiador de aniones A 4. La solución de azúcar purificada resultante puede pasar discrecionalmente por un evaporador 7, u filtro decolorante 9 o por ambos.



1946

1:75613

En la figura 2 el guarapo bruto pasa por una centrífuga 3 o un filtro de arena 1 y luego por un sistema 6 que comprende un cambiador de cationes C1, otro de aniones A1, otro de cationes C 2, otro de aniones A 2, otro de cationes C 3 y otro de aniones A 3. El guarapo purificado que sale del cambiador de aniones A 3 pasa por un evaporador 7 y un filtro decolorante 9, o, discrecionalmente, el evaporador, el filtro decolorante o ambos se ponen en derivación.

La solución de azúcar purificada obtenida con arreglo a nuestro procedimiento puede concentrarse, y cristalizarse el azúcar de la misma con arreglo a la práctica habitual en la industria azucarera, o se puede usar, con concentración o sin ella como un almíbar de alta calidad para fabricar productos endulzados o como un almíbar de mesa, sólo o diluido con otros almíbares para obtener el sabor deseado.

Como se ha indicado antes, el pH del líquido que entra al cambiador de aniones A 3 (o A 4) no debe caer por debajo de 2.9, y el pH del líquido que sale del lecho A 3 (o A 4) debe ser por lo menos de 4, y para muchos fines es deseable que el pH de líquido saliente se mantenga muy por encima de este valor. Si se ha de producir un azúcar de alta calidad partiendo de las soluciones de azúcar purificadas con arreglo a este invento, es también deseable que el líquido que entra al lecho A 3, (o A 4) contenga no más de 600 p.p.m. de ácido determinado por valoración, suponiendo que el ácido tiene un peso equivalente de 50 y también mientras el citado líquido entrante contiene menos de 50 p.p.m. de cationes, suponiendo que los cationes tienen un peso equivalente de 50.

El líquido saliente del lecho A 3 (o A 4) es una so-



175613

lución de azúcar de color extremadamente claro y muy purificada, pero para separar todo vestigio de materia colorante, de otras impurezas o de ambas, especialmente impurezas no ionizables, es a veces deseable hacer pasar este líquido saliente por un filtro de carbón que contenga un carbón vegetal decolorante o activado o carbón animal. Este filtro decolorante es potestativo y no es necesario en muchos casos.

Los siguientes ejemplos en que las proporciones son de peso, salvo que se indique lo contrario, se dan, por vía de ejemplo, y no como limitación. Los análisis y demás datos que aquí se consignan se basan todos en el supuesto de que los cationes y aniones tiene un peso equivalente de 50.

Ejemplo 1.

Un sistema de tipo representado en la figura 1 del dibujo, se emplea en este ejemplo, y cada lecho de cambiadores contiene unos 2 pies cúbicos de material activo. Una zeolita de hidrógeno resinosa del tipo descrito en el ejemplo V de la patente 2,372,233 se emplea en los cambiadores de cationes, al paso que en los aniones se usa un producto preparado según la patente de Swain Nº. 2,285,750 (por ejemplo, con arreglo al ejemplo I de dicha patente). Los cambiadores de cationes se activan o regeneran con unas 2.5 libras de ácido sulfúrico por pié cúbico de resina, al paso que los cambiadores de aniones se activan con unas 3 libras de hidróxido sódico por pié cúbico de resina. La activación o regeneración se realizan diluyendo el material regenerativo con agua para formar una solución que contiene aproximadamente, 2% de ácido o 2% de álcali.

Un guarapo bruto se centrifuga o filtra para sepa-



175613

rar el material en suspensión que comprende pedazos de caña, suciedad, etc. El zumo bruto tiene el siguiente análisis:

	Sólidos totales (Brix)	14.6
	Sucrosa (% de sólidos)	78.3
5	Azúcares reductores (% de sólidos)	6.86
	No azúcares totales (% de sólidos)	14.84.
	Acidez libre (% de zumo)	0.1
	Aniones totales (% de zumo)	0.7005
	pH	5.4 - 5.5.
10	Cationes	% de zumo
	Na	0.0019
	K	0.4370
	Ca y Mg	0.1616

15 Al comenzar nuestro procedimiento, los cambiadores de iones se lavan en reflujo y se regeneran si es necesario y luego se enjuagan con agua. Los lechos no se desaguan cuando se suministra el guarapo bruto al lecho C 1. Los primeros 60 galones de líquido saliente contienen muy poco azúcar, y es principalmente el agua contenida en el sistema primitivamente, y por tanto puede desecharse. Los 50 galones siguientes de líquido saliente deben recogerse, y estos tienen el siguiente análisis:

	Sólidos totales (Brix)	8.5
	pH	4.5
25	Acidez (p.p.m.)	30
	Na (p.p.m.)	7
	K (p.p.m.)	3
	Ca y Mg (p.p.m.)	14.

Debe observarse que el calcio y el magnesio halla-



175613

dos en el zumo tratado se explican por la dureza del agua que se adhiere a los cambiadores y que se mezcla con el zumo. Cuando el pH del líquido que entra en el lecho A 3 es 2.9, el sistema ordinariamente se cierra y el almíbar restante en los lechos se recupera por uno cualquiera de varios métodos. Para evitar la dilución es preferible que la solución que queda en los cambiadores de iones sea expulsada del sistema por soplo de aire u otro gas inerte. No obstante, si se quiere, la solución de azúcar puede hacerse pasar por el sistema mediante agua, aunque en este caso tendrá lugar cierta dilución. Una vez que toda la solución de azúcar ha sido expulsada con aire, la solución restante que se adhiere a las partículas de cambiadores de iones puede separarse haciendo pasar agua por el sistema y el agua dulce resultante puede recogerse separadamente para su tratamiento o para mezclarla con el guarapo bruto en operaciones subsiguientes de purificación. Discrecionalmente, este agua dulce puede purificarse separadamente por nuestro procedimiento.

Los cuadros siguientes sirven para representar el método de control que empleamos y el efecto del uso de un sistema tal como el representado en los dibujos. Adviértase que los análisis y otros datos se dan en cada caso para muestras tomadas en el momento en que la mencionada cantidad de líquido saliente se ha extraído del último de los seis cambiadores.



175613

Cuadro I.

Datos del lecho C11.

	Galones de guarapo que sale del sistema	60	90	110	130
	Sólidos totales (Brix)	13.6	14.5	14.4	14.5
	pH	2.4	4.8	4.9	5.3
	Acidez (p.p.m.)	5400	1900	1550	1050
5	Na (p.p.m.)	10	31	24	22
	K (p.p.m.)	150	4070	4250	4200
	Ca y Mg (p.p.m.)	146	662	753	852

Cuadro II

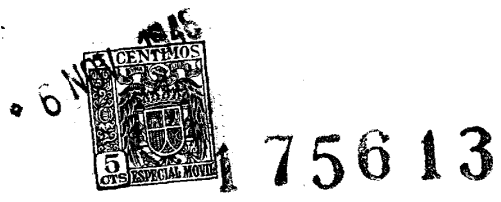
Datos del lecho A 1

10	Galones de guarapo que sale del sistema	60	90	110	130
	Sólidos totales (Brix)	12.8	14.5	14.5	14.5
	pH	3.7	4.5	5	5.2
	Acidez (p.p.m.)	1950	2500	1250	1200
15	Na (p.p.m.)	11	35	31	25
	K (p.p.m.)	130	3000	3450	3600
	Ca y Mg (p.p.m.)	154	119	686	737

Cuadro III

Datos del lecho C 2

20	Galones de guarapo que salen del sistema	60	90	110	130
	Sólidos totales (Brix)	12.1	13.1	13.6	13.8
	pH	3.5	2.7	2.7	3.1
	Acidez (p.p.m.)	1600	5100	5100	5100
25	Na (p.p.m.)	11	31	50	160
	K (p.p.m.)	34	107	140	700
	Ca y Mg (p.p.m.)	13	134	311	600



Cuadro IV

Datos del lecho A 2

	Galones de guarapo que salen del sistema	60	90	110	130
5	Sólidos totales (Brix)	11.1	12.3	12.8	12.8
	pH	7.6	4.1	4.4	4.2
	Acidez (p.p.m.)	- -	470	6.60	15.25
	Na (p.p.m.)	31	25	50	140
	K (p.p.m.)	20	60	125	150
10	Ca y Mg (p.p.m.)	60	385	219	350

Cuadro V

Datos del lecho C 3

	Galones de guarapo que salen del sistema	60	90	110	130
15	Sólidos totales (Brix)	7.8	11.9	12.3	12.3
	pH	4.3	3.7	3.7	3.7
	Acidez (p.p.m.)	100	500	550	1050
	Na (p.p.m.)	7	10	22	20
	K (p.p.m.)	3	10	18	15
20	Ca y Mg (p.p.m.)	0	0	0	22

Cuadro VI

Datos del lecho A 3

	Galones de guarapo que salen del sistema	60	90	110	130
25	Sólidos totales (Brix)	1.7	10.9	11.9	12.1
	pH	8.8	4.3	4.5	3.9
	Acidez (p.p.m.)	- -	50	110	230
	Alcalinidad (p.p.m.)	10	- -	- -	- -
	Na (p.p.m.)	15	7	10	15
30	K (p.p.m.)	7	3	7	12
	Ca y Mg (p.p.m.)	12	- -	- -	- -

175613



Por los cuadros anteriores, se verá que aproximadamente los primeros 60 galones de líquido saliente deben desecharse por su bajo contenido de azúcar y que los siguientes 50-60 galones deben recogerse para concentración hasta almíbar y si se quiere para la cristalización de azúcar. Se necesitan unos 70 galones de agua para "desendulzar" y deben introducirse en el sistema cuando se han retirado del mismo unos 60 galones de líquido saliente. El "agua dulce" que queda en el sistema puede combinarse con el guarapo recogido y todo ello concentrarse para dar un almíbar del siguiente análisis.

Sólidos totales (Brix)	58.4
Sucrosa (% de sólidos)	90.1
Azúcares reductores (% de sólidos)	8.5
No azúcares totales (% de sólidos)	1.4

De este puede computarse que la separación de las impurezas que no son azúcar en el almíbar es de 91% aprox.

Este zumo tratado puede seguir concentrándose más, con preferencia en el vacío, y se puede cristalizar azúcar del mismo. La melaza resultante puede combinarse con la melaza primera obtenida de la primera hornada de azúcar de tandas sucesivas de zumo purificado, y una segunda hornada de azúcar puede obtenerse dejando una segunda melaza que a su vez puede combinarse con otras melazas o almíbares o azúcar y se puede cristalizar más azúcar de ellas. En este caso pueden obtenerse no menos de cuatro hornadas o más de azúcar del almíbar purificado según nuestro procedimiento.

La melaza obtenida de los almíbares cuando el azúcar se cristaliza de ellos se vuelve gradualmente más oscura, pero es considerablemente más clara que la melaza obtenida de



175613

almibares que se purifican por los procedimientos ordinarios de purificación del azúcar.

El color del almibar del azúcar purificado con arreglo a nuestro procedimiento es muy claro pero puede mejorarse aún más si se desea, por tratamiento con carbón decolorante, con carbón animal u otros materiales de este género.

Ejemplo 2.

Un guarapo bruto del análisis que se ve en el cuadro VIII se hace pasar por una serie de cambiadores de iones que comprende un cambiador de cationes, otro de aniones, un segundo de cationes y un segundo o final de aniones. Cada uno de los lechos de cambiador de iones, contiene 3.5 pies cúbicos de material activo, y los materiales ion-activos empleados son los mismos que los usados en el ejemplo 1. El guarapo se centrifuga y se hace pasar luego por el sistema a velocidad de unos 2 galones por minuto. El zumo bruto contiene como unas 3550 p.p.m. de potasio. El líquido que sale del primer lecho de cambiador de cationes es de 1.8 aproximadamente y contiene unas 165 p.p.m. de potasio. El pH del líquido que sale del primer cambiador de aniones es originariamente de unos 8, y cae gradualmente a unos 4.5. El líquido que sale del segundo cambiador de cationes no contiene potasio demostrable, y el pH oscila desde unos 4 a no menos de unos 3.2. El líquido que sale del lecho final de material ion-activo tiene un pH comprendido entre unos 10 y unos 4.7 y el líquido total que sale después de la mezcla completa tiene un pH de unos 7.5. Unos 106 galones de guarapo bruto se hacen pasar por el sistema y luego este se desplaza con agua que fluye a la misma velocidad que el zumo. El agua dulce que resul-



175613

ta del uso del agua para separar el zumo de azúcar de los le-  
chos se mezcla con el zumo que sale y el conjunto se concen-  
tra para producir un almíbar como se representa en el cuadro  
VII.

5

#### Ejemplo 3.

Un guarapo bruto que tiene el análisis como se re-  
presenta en el cuadro VIII se trata de igual manera que se  
describe en el ejemplo 2. El zumo bruto tiene unas 3.130  
p.p.m. de potasio. El líquido que sale del primer lecho de  
10 cambiador de cationes tiene un pH de unos 1.8 y contiene 150  
p.p.m. de potasio, al paso que el que sale del primer lecho  
de material anion-activo tiene un pH que oscila entre 10 y  
5.3 aprox. El líquido que sale del segundo lecho de cambia-  
dor de cationes tiene un pH que oscila desde unos 3.8 a no  
15 menos de 3.1 y no contiene potasio demostrable, al paso que  
el líquido que sale del lecho final de material anion-activo  
tiene un pH que oscila entre 10.3 y 5, y el pH del líquido  
total saliente después de la mezcla es de unos 8. Unos 130  
galones de zumo se hacen pasar por el sistema después de lo  
20 cual el zumo que queda en el mismo se desplaza con agua. El  
agua dulce resultante se mezcla con el zumo tratado y todo  
ello se concentra en un almíbar de la composición dada en el  
cuadro VIII.

25

#### Ejemplo 4.

Un guarapo bruto del análisis representado en el  
cuadro IX se trata de igual manera que se describe en el ejem-  
plo 2. El zumo originario contiene unas 3070 p.p.m. de pota-  
sio, al paso que el líquido que sale del primer lecho del ma-  
terial cation-activo contiene sólo unas 130 p.p.m. de potasio,

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

- 13 -



75613

y tiene un pH de 1.7 aprox. El líquido que sale del primer lecho de material anion-activo, tiene un pH que oscila desde unos 8 hasta 6, al paso que el pH del líquido que sale del segundo lecho de material catión-activo oscila entre 4.4 y 3.2 y el pH del líquido saliente del lecho final de material anion-activo oscila desde unos 10 a 9. Después de hacer pasar unos 150 galones de zumo por el sistema, el pH del líquido que sale del primer lecho de material cation-activo sube gradualmente a unos 3.5 y el contenido de potasio aumenta a unas 1.000 p.p.m. El pH del primer lecho de material anion-activo cae ligeramente, pero el pH del líquido que sale del segundo lecho de material cation-activo baja a unos 2, y contiene algo menos de 20 p.p.m. de potasio. Además, el pH del líquido que sale del lecho final de material anion-activo cae rápidamente a unos 3.6. Por esto se ve que no deben hacerse pasar por el sistema más de unos 150 galones de zumo, y luego el almíbar de azúcar restante en el mismo debe separarse por ejemplo, por desplazamiento con agua. Luego el agua dulce se mezcla con el zumo tratado y el conjunto se concentra. El cuadro IX muestra el análisis de un almíbar concentrado obtenido rebasando los límites expuestos según este invento y haciendo pasar unos 195 galones de zumo por el sistema. Se observará que la separación de sustancias orgánicas no azúcares es considerablemente menor que en los ejemplos 2 y 3. Por otra parte, la separación del contenido de cenizas inorgánicas es muy bueno, y por tanto, un procedimiento como éste puede ser útil, en algunos casos en que la reducción en sólidos inorgánicos no azúcares no es de importancia capital.



175613

Cuadro VII

	Zumo bruto	Almíbar purificado
Sólidos totales (Brix)	14.6	58.4
5 Sucrosa (% de sólidos)	78.3	90.1
Azúcares reductores (% de sólidos)	6.86	8.5
No azúcares totales (% de sólidos)	14.84	1.4
10 pH	5.5	
	% separación	91.0
Sodio (% de sólidos)	01	.053
Potasio (% de sólidos)	2.32	.0027
15 Calcio y Magnesio (% de sólidos)	.72	.00
	% separación	98.0

Cuadro VIII

	Zumo bruto	Almíbar purificado
Sólidos totales (Brix)	13.4	67.86
20 Sucrosa (% de sólidos)	76.2	85.8
Azúcares reductores (% de sólidos)	7.27	9.4
No azúcares totales (% de sólidos)	16.5	1.87
25 pH	5.5	
	% separación	88.9
Sodio (% de sólidos)	.019	.040
Potasio (% de sólidos)	2.22	.011
30 Calcio y Magnesio (% de sólidos)	.881	.018
	% separación	97.8



175613

Cuadro IX

	Zumo bruto	Almíbar purificado
Sólidos totales (Brix)	13.26	61.7
5 Sucrosa (% de sólidos)	77.07	87.5
Azúcares reductores (% de sólidos)	6.95	7.85
No azúcares totales (% de sólidos)	15.98	4.65
10 pH	5.6	
	% separación 71	
Sodio (% de sólidos)	.015	.015
Potasio (% de sólidos)	2.87	.010
15 Calcio y Magnesio (% de sólidos)	.71	.014
	% separación 98.9	

Al iniciarse ~~este~~ procedimiento, los lechos son con preferencia "endulzados" por el siguiente método: los cambiadores de iones se activan o lavan en reflujo y se regeneran si es necesario y luego se enjuagan y finalmente se desaguan. Así, con un sistema como el de la figura 2, el zumo se suministra al cambiador de cationes C 1 mientras está abierto a la atmósfera y hasta que el lecho se llena de zumo, punto en el cual el recipiente que contiene el cambiador de cationes se cierra y el líquido que sale se extrae del mismo mientras se continúa suministrándole zumo y este líquido saliente se emplea para llenar el lecho A 1 mientras está abierto a la atmósfera. Cuando el lecho A 1 está lleno, el recipiente que contiene el cambiador de iones se cierra y el líquido que sale se suministra al lecho C 2. Cada uno de los lechos de cambiadores de iones se llena de esta manera hasta



175613

que el sistema está lleno totalmente, tiempo al cual se recoge el líquido que sale del lecho A 3. Este líquido saliente del lecho A 3 se recoge mientras tiene un pH superior a 4 y mientras el pH del líquido que entra en el lecho A 3 es superior a 2.9. Un procedimiento similar se usa cuando se emplean sistemas del tipo representado en la figura 1.

Aunque nuestro invento es especialmente aplicable a la purificación de guarapos brutos, también puede usarse para purificar soluciones de azúcar parcialmente refinadas. El presente procedimiento está especialmente destinado a la purificación de soluciones de azúcar obtenidas de sorgo o de caña de azúcar, o si se quiere, puede usarse para purificar zumos obtenidos de remolachas azucareras. Otros tipos de azúcares que pueden purificarse por nuestro procedimiento son: azúcar de mepfle, de invertina y de malta, dextrosa, fructosa, glucosa etc., así como mono-, di-, tri-, tetra-, y otros polisacaruros naturales y sintéticos.

El procedimiento del invento es aplicable a la purificación de soluciones acuosas de azúcar en general cuando el contenido de cenizas no es mayor de 0.9% aproximadamente. Por tanto, siempre que según el invento se han de purificar almíbares tales como melazas o licores de afino, los almíbares deben diluirse con agua, si es necesario, hasta que el contenido de cenizas no sea mayor de un 0.9% aproximadamente.

Para reducir al mínimo la inversión de las soluciones de azúcar en la manufactura de sucrosa, es deseable que la temperatura del zumo durante el tratamiento se mantenga aproximadamente a las temperaturas ordinarias de la habitación, pero si es permisible algo de inversión o una cantidad



175613

considerable de la misma pueden emplearse temperaturas más elevadas.

El tratamiento de almíbares de azúcar con materiales ion-activos según el presente invento es a menudo suficiente para purificar el azúcar sin el uso de ningún otro procedimiento o agente de purificación. Sin embargo, como antes se ha dicho, muy a menudo es deseable emplear un agente decolorante para separar el color residual de la solución de azúcar después del paso por los materiales de cambio de iones. Similarmente, en algunos casos es deseable tratar la solución de azúcar con un material decolorante entre dos cualesquiera de los lechos de materiales ion-activos, pero se ha comprobado que no es tan eficaz cuando el fluido que pasa por ellos tiene un alto contenido de iones. Entre las sustancias que pueden emplearse figuran el negro animal, la tierra de diatomeas, bauxita, carbón vegetal decolorante, agentes oxidantes etc.

La presencia de sales, ácidos y sólidos orgánicos que no son azúcar en las soluciones de éste tiende a estabilizar los materiales colorantes coloidales de las mismas. Por consiguiente, la separación por medio de nuestro procedimiento de una alta proporción de las sales y sólidos orgánicos es que no son azúcares hace los materiales colorantes coloidales menos estables y por tanto se separan más fácilmente por el paso al través de filtros de carbón animal. Cuando se usa carbón vegetal decolorante, es preferible emplearlo después del tratamiento de las sustancias de cambio de iones, y después de la concentración hasta almíbar, pero puede usarse en cualquier punto del sistema y cuando no se usa el final del siste-



175613

ma de purificación, se emplea con preferencia después del pa-  
so por un material cation-activo cuando es ácido el fluido que  
pasa por el material decolorante. Los materiales decoloran-  
tes pueden también mezclarse con el zumo antes de evaporar el  
5 agua del mismo o durante la evaporación, y luego los materia-  
les pueden separarse filtrando el almíbar concentrado.

Nuestro sistema de purificación puede hacerse fun-  
cionar sobre la base descrita en los ejemplos anteriores, des-  
pués de lo cual cada uno de los lechos de resina se lava en  
10 reflujo, se regenera y se enjuaga. Otra manera de poner en  
práctica nuestro procedimiento en algunos casos es usar una  
pluralidad de series de cambiadores de iones, cada uno de los  
cuales comprende una zeolita de hidrógeno y una resina anion-  
activa. El par de cambiadores de iones ~~últimamente~~ mencionados  
15 se regenera mientras los otros pares de los mismos se usan con  
arreglo al procedimiento descrito en los ejemplos anteriores.  
Cuando el cambiador de cationes del primer par de cambiadores  
de iones está virtualmente agotado en cuanto a cationes y el  
cambiador de aniones de este par está agotado en cuanto a áci-  
20 dos fuertes (esto es, ácidos que son tan fuertes como el acé-  
tico o más) se separan del sistema y el par recién activado  
de cambiadores de iones se añade al fin del sistema. El par  
de cambiadores de iones quitado del sistema se reactiva, y en  
algunos casos puede también añadirse al extremo del sistema  
25 cuando se agota el primero de los cambiadores de iones (origi-  
nariamente el segundo par de cambiadores). El uso de este ti-  
po de sistema depende un tanto del tipo particular de produc-  
to a preparar y también de la capacidad de los cambiadores de  
iones. Con cambiadores de iones de capacidad muy baja, este



175613

tipo de procedimiento no será probablemente económico, al paso que con cambiadores de iones de alta capacidad será probablemente más económico que el trabajo con arreglo a los ejemplos. Otro factor al determinar la economía relativa de los dos procedimientos es el coste de regenerante, ya que cuando su coste disminuye el procedimiento empleado en los ejemplos resulta más económico.

En lugar de parte o de la totalidad de la resina anion-activa empleada en el ejemplo, pueden usarse otros materiales anion-activos. Entre estos figuran los productos de condensación de m-fenileno-diamina, biguanida, guanil-urea, guanidinas sustituidas como metil-guanidina, biguanidas sustituidas como fenil-biguanida, poliaminas, con preferencia las poliaminas polietilénicas etc.

Estos productos de condensación son preferentemente productos de condensación de formaldehído, aunque si se quiere pueden usarse productos de condensación de otro aldehído. Ejemplos de otros aldehídos son el furfural, acroleína, benzaldehído etc. Las resinas activas, como las preparadas de guanidina, guanil-urea, biguanida y otros materiales que no forman con formaldehído productos de condensación lo bastante insolubles para la mayoría de los fines prácticos, se insolubilizan preferentemente con materiales reactivos de formaldehído adecuados, por ejemplo, urea, tiourea, las aminotriazinas (especialmente melamina y las guanaminas que reaccionan con formaldehído para dar productos insolubles) etc. Las resinas anion-activas preparadas de guanidina, guanil-urea biguanidas etc. pueden prepararse en la misma forma general descrita en las patentes de los Estados Unidos nº. 2.251.234 y



175613

2,285.750. Usualmente es conveniente usar las sales de las bases, pero también pueden usarse las bases libres. Ejemplos de sales adecuadas para su uso en la preparación de resinas anion-activas, son carbonato de guanidina, sulfato de guanidina, sulfato de biguanida, nitrato de biguanida, sulfato de guanil-urea, carbonato de guanil-urea etc. Las patentes de los Estados Unidos número 2.251.234 y 2.285.750 describen métodos de preparar muchas resinas anion-activas de los tipos arriba mencionado.

10 Las resinas anion-activas se activan en la forma ordinaria por tratamiento con una solución diluida de un álcali por ejemplo, una solución 0.110% de hidróxido sódico, carbonato sódico, las correspondientes sales potásicas etc.

15 Ejemplos de materiales cation-activos adecuados que pueden hacerse funcionar en el ciclo de hidrógeno son: productos de condensación con aldehído de sulfonatos orgánicos alfa-furil-sustituídos, tales como los descritos en la patente de los Estados Unidos: 2.373.152, productos de condensación de fenolaldehído polihídricos, tales como los productos de condensación de catecol-tanino-formaldehído, productos de condensación de formaldehído y ácido sulfónico aromático (según se describe en la patente de los Estados Unidos número 2.204.539), las zeolitas carbonáceas, esto es, los materiales carbonáceos sulfatados o sulfonados tales como carbón, 20 turba, lignito etc. Cualquiera de estos materiales puede hacerse funcionar en el ciclo de hidrógeno y son por tanto adecuados para su uso con arreglo a nuestro invento. Hablando en general, estas sustancias pueden denominarse "zeolitas de hidrógeno". La activación de los materiales cation-activos con 25



175613

un ácido y el cambio o reacción del ion hidrógeno de dicho ácido durante el procedimiento de purificación se llaman "el ciclo de hidrógeno".

5 Los materiales cation-activos pueden regenerarse o activarse haciendo pasar por el lecho soluciones ácidas diluídas, por ejemplo, al 0.1-10% de ácido clorhídrico, ácido sulfúrico etc.; y lavando luego con agua hasta que virtualmente se ha separado el ácido empleado. Las resinas cation-activas se llaman entonces "activadas por hidrógeno". Si la solución  
10 que fluye en el lecho cation-activo C 1 contiene una alta concentración de calcio, puede ser deseable activar el lecho con una solución de sal, por ejemplo, una solución acuosa de cloruro sódico antes de la activación con un ácido.

El término "sólidos ionizables" o "materiales ionizables" incluye los materiales inorgánicos tanto volátiles como no volátiles. La mayor proporción de estos sólidos son inorgánicos, pero pueden incluirse algunas sustancias orgánicas. Estos "sólidos ionizables" son impurezas en el sentido de que no se desean en mezcla con el fluido a purificar, aunque pueden ser por sí mismos materiales valiosos o deseables.  
20

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 17 de Noviembre de 1945, bajo el número 629.310, se acoge a los beneficios del artículo 51 del Estatuto vigente sobre Propiedad Industrial.

25

-----  
---- N O T A ----  
-----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en



175613

España, son los siguientes:

5 1º. Un procedimiento de purificar una solución acuosa de azúcar que tiene un contenido de cenizas no mayor de un 0.9% tal como guarapo bruto, caracterizado por que se hace pasar dicha solución por un sistema que contiene una pluralidad de pares de cambiadores de iones, siendo un miembro de cada par un cambiador de zeolita de hidrógeno y el otro miembro un cambiador de aniones y se continúa haciendopasar dicho guarapo por el sistema mientras el pH del líquido entrante en el cambiador de aniones final es superior a 2.9,

10 2º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º., caracterizado por que se continúa haciendo pasar dicha solución por el sistema mientras el pH del líquido entrante en el cambiador de aniones final es mayor de 2.9 y el pH del líquido que sale de dicho cambiador de aniones final es por lo menos de 4.

15 3º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º. o 2º., caracterizado por el hecho de que el paso de la solución por el sistema continúa mientras el líquido que entra en el cambiador de aniones final contiene menos de unas 600 p.p.m. de ácido determinado por valoración, suponiendo que el ácido tiene un peso equivalente de 50, y también mientras dicho líquido entrante contiene menos de 50 p.p.m. de cationes, suponiendo que los cationes tienen un peso equivalente de 50.

25 4º. Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por el hecho de que dicho sistema contiene por lo menos tres pares de dichos cambiadores de iones.



1948

1 756 13

5 5º. Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1º. a 4º., caracterizado por que se hace pasar el líquido saliente desde el cambiador de aniones final a otro par de cambiadores de iones que comprende un cambiador de zeolita de hidrógeno y un cambiador de aniones una vez que el pH del líquido saliente del cambiador de aniones final ha bajado a unos 3, y se continúa haciendo pasar el líquido saliente del cambiador de aniones final por dicho otro par de cambiadores de iones mientras el líquido entrante en el  
10 cambiador de aniones del otro par es mayor de 2.9.

15 6º. Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1º. a 4º., caracterizado por que se separa de dicho sistema su primer par de cambiadores de iones y se añade al fin del sistema un nuevo par de los mismos, uno de los cuales es un cambiador de zeolita de hidrógeno y el otro un cambiador de aniones, y se continúa haciendo pasar dicha solución por el sistema, mientras el pH del líquido que entra en el cambiador de aniones del nuevo par de cambiadores de iones es superior a 2.9.

20 7º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 6º., caracterizado por que se regenera el primer par de cambiadores de iones después de haberlos separado del sistema.

25 8º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 6º., caracterizado por que se regenera el primer par de cambiadores de iones después de haberlos separado del sistema, y se introducen al fin de este último después de haber caído a unos 3 el líquido que entra en el cambiador de aniones del citado par de cambiadores de iones.

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



6 NOV

175613

9º. Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por la ulterior operación de concentrar el líquido saliente final cuando se trata guarapo bruto, y cristalizar azúcar del mismo.

5 10º. Un procedimiento de purificar una solución acuosa de azúcar.

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

10 Esta Memoria consta de veinticuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 6 NOV. 1946

P. n.

Alberto de Elizaburu

Por Autor

175613



175613

