



P.- 5432.-

Nº. 201 - S.-

176288 NOV. 1947

MEMORIA DESCRIPTIVA

176288

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

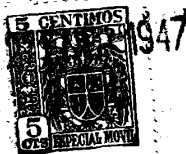
por VEINTE años

a nombre de DIRECTIE VAN DE STAATSMIJNEN IN LIMBURG, (actuando para y en nombre del Estado de Holanda), entidad holandesa, establecida en 2, van der Mesenstraat, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE ANTRACENO Y
NAFTALENO EN FORMA CRISTALINA"

El invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de antraceno y naftaleno en forma cristalina, enfriando aceite de antraceno o de naftaleno brutos respectivamente y separando los cristales así formados del aceite restante.

En los procedimientos bien conocidos, el aceite de



176288

5
10
15
20
25

antraceno o naftaleno producidos por la destilación de alquitrán de hulla se transfieren a recipientes enfriadores en los cuales el aceite se expone al aire libre durante un largo periodo de tiempo, contacto durante el cual el aceite se enfria (vease H.H. Lowry, Chemistry of Coal Utilisation, Nueva York, 1945, pagina 1353 y "Handbusch der Gasindustrie", volumen III, pagina 2312, Munich-Berlin 1939). Como resultado de este enfriamiento se forman cristales de antraceno y naftaleno respectivamente. Después de un enfriamiento suficiente los recipientes de cristalización se vacian en otro recipiente en el cual se agita el lodo de cristales. Luego, en el caso del antraceno, el lodo se conduce a una prensa de filtro en la cual el aceite restante se separa del producto cristalino. En el caso de naftaleno, resultó principalmente ser posible realizar esta separación por medio de un hidroextractor.

Ahora bien este procedimiento de trabajo conocido tiene varios inconvenientes graves. En primer lugar el proceso es discontinuo. El aceite permanece en los cristalizadores durante largo tiempo y para hacer satisfactoria la producción diaria del producto cristalino es necesario usar grandes tinas de enfriamiento, que ocupan un enorme espacio en el suelo. Por ejemplo, el elaborar 30 toneladas de aceite de antraceno bruto en 24 horas requiere 24 cristalizadores, cada uno con una capacidad de 10 metros cubicos y un espacio en el suelo de 14 metros cuadrados. En segundo lugar la operación requiere mucho personal, porque después de la descarga los recipientes refrigeradores contienen aún una can_



1947

176288

5 tidad considerable de lodo de cristales, que tiene que llevarse al orificio de descarga por fuerza de brazos. Esta es una tarea muy desagradable para el personal porque el producto tiene un olor muy malo y ademases perjudicial para la salud, produciendo afecciones cutáneas.2

10 Otro inconveniente serio del procedimiento antiguo consiste en el tamaño excesivamente pequeño de los cristales formados, especialmente cuando se labora aceite de entraceno. Este hecho impide el uso de una máquina centrifugadora en este caso y obliga al fabricante a usar prensas de filtro para tratar el lodo de cristales que deja en recipiente de refrigeración. Ahora bien, este tiene varios inconvenientes que reducen el valor económico del antiguo procedimiento: el producto cristalino se ha de quitar de las prensas a mano, el paño del filtro se ha de lavar con regularidad, con la consiguiente pérdida de tiempo, y resulta ser necesario renovar dicho paño con frecuencia. Debe admitirse que en el caso del naftaleno los cristales formados en los cristalizadores son justamente lo bastante

15 grandes para permitir el uso de un hidroextractor, pero aun entonces son tan pequeños que se forma una torta de cristales muy densa que hace muy difícil la separación del aceite restante. Además resulta casi imposible separar el aceite restante lavando la torta de cristales en el hidroextractor.

25 Además el entraceno tiene tendencia a oxidarse, y como el enfriamiento en los recipientes de cristalización tiene lugar al aire libre la pérdida por oxidación es considerable. Además es imposible producir un alto contenido



1937

176288

de antraceno salvo que se tomen medidas especiales.

El presente invento evita todas estas desventajas y por otra parte ofrece la posibilidad de producir cristales mas grandes por un procedimiento muy sencillo. El aparato usado es recogido y de fácil vigilancia, necesitando solo poco personal y excasa inspección. La operación se realiza en recipientes cerrados, evitando el contacto del personal con agentes químicos.

Otra ventaja muy importante del presente invento consiste en la reducción del tamaño de la instalación comparado con las existentes. Según éste invento sólo dos tinajas de cristalización cada una con una capacidad de 3 m³. y de un espacio total en el suelo de 5 m² bastan para elaborar 30 toneladas de aceite de antraceno bruto cada 24 horas. Además el antraceno bruto así producido tiene un contenido menor de aceite y por consiguiente una concentración mayor de antraceno en comparación con el producto del procedimiento anterior. Lo mismo puede aplicarse al tratamiento del aceite de naftaleno.

El naftaleno producido según este invento tiene un punto de solidificación mas alto. Además la densidad de la torta de cristales obtenida en el hidroextractor es tan baja que el aceite adherente puede quitarse directamente lavando la torta en el extractor, elevando así el punto de solidificación en 2°C por lo menos.

Según el presente invento el antraceno o naftaleno, en forma cristalina se producen enfriando aceite de antraceno o naftaleno brutos respectivamente, con una temperatura



1947

176288

5 igual o mayor que la temperatura de saturación de este aceite hasta una temperatura por debajo del punto de saturación, haciendo pasar el aceite bruto continuamente por uno o mas recipientes de cristalización enfriados (cristalizadores) que ya contienen algunos cristales de antraceno o de naftaleno. Dejando el último cristizador, la suspensión se conduce a un hidroextractor para separar los cristales formados del aceite restante.

10 Este nuevo procedimiento de trabajo puede realizarse conectando mas cristalizadores en serie y con una conexión en paralelo de algunas de estas series. De este modo la calidad de los productos de las diferentes series puede regularse ajustando la cantidad de aceite que pasa por cada serie.

15 En caso de que el lodo de cristales en el último cristizador se vuelva demasiado espeso, puede diluirse, según el invento haciendo volver a pasar una parte del aceite hidroextraído a una o mas tinas de cristalización.

20 La forma de los recipientes de cristalización es con preferencia cilíndrica con refrigeramiento con camisa de agua. Sino se toman precauciones especiales las paredes interiores de los cristalizadores se cubrirán gradualmente de una costra de cristales durante el enfriamiento impidiendo constantemente el enfriamiento exterior del aceite mas dentro de las tinas. Por esta razón el aparato agitador debe
25 construirse de manera que sea adecuado para raspar las paredes interiores de los cristalizadores al mismo tiempo. Esto puede conseguirse eficazmente fijando a un agitador en



1947

176288

forma de tornillo un dispositivo raspador, por ejemplo cepillos; esta medida tiene la ulterior ventaja de que el aceite de recipiente es forzado hacia arriba, contrarrestando el depósito de los cristales.

6 El aceite caliente se introducirá con preferencia en la parte superior de los cristalizadores y saldrá por el fondo. El agua de refrigeración, por otra parte, entrará en la camisa de agua por el fondo y saldrá de ella por la parte superior. Esta disposición de contracorriente utiliza el

10 áreas de refrigeración en medida máxima, porque de este modo el aceite de la temperatura mas alta se enfria por agua de la temperatura mas alta, y el aceite enfriado se pone en contacto con el agua mas fria; Además, el aceite del cristallizador pasa entonces por una pendiente térmica.

15 En los dibujos adjuntos se representan diagramáticamente por via de ejemplo los aparatos adecuados para realizar el procedimiento del invento. La figura I es una instalación para manufacturar antraceno cristalino y la figura II muestra una instalación similar para producir naftaleno en

20 forma cristalina.

En la figura I se muestran los recipientes de cristalización (cristalizadores) 1 y 2, con sus camisas de refrigeración 3 y sus agitadores 4. El aceite caliente se suministra a la primera tina por la tubería 5. En 6 el aceite deja esta tina y se hace pasar al segundo cristallizador por la tubería 7. Por la salida 8 el aceite es

25 conducido al través de un rebosadero a un depósito colector 9, provisto de un agitador 10. En 11 el lodo de cristales deja dicho depósito y es conducido a un hidroextractor hori-



1947

1/6288

5 zontal 12. El agua de refrigeración, que se usa con preferencia en contracorriente entra en el sistema refrigerador del segundo cristizador en 13, luego pasa por la tubería 14 a la camisa de agua de la primera tina, para entrar en ésta en 15 y salir en 16. La tubería de agua de refrigeración se ramifica entre los recipientes de cristalización en 17; esta ramificación está provista de un grifo regulable que permite, en caso necesario, quitar parte de agua de refrigeración antes de entrar en la camisa del primer cristizador. La temperatura del aceite caliente es 10 igual o mayor que la temperatura de saturación, para el aceite de antraceno, por ejemplo, de 80°C en la parte superior, de unos 43°C en el fondo, y la temperatura del aceite en el fondo de la segunda tina es de unos 25°C.

15 En la instalación representada por la figura II, el aceite sigue el mismo trayecto que el de la figura I. La instalación difiere de la que se acaba de describir porque por una tubería 19 el aceite hidroextraído vuelve a la segunda tina de cristalización.

20 Pueden darse ahora algunos ejemplos para representar los resultados que pueden obtenerse trabajando con arreglo a las normas del nuevo invento.

Ejemplo 1.

25 Aceite de antraceno bruto de 90°C (campo de ebullición 270-400°C) se suministra al primer cristizador en cantidad de 500 kilogramos por hora. El agitador da 20 revoluciones por minuto; la capacidad útil de la tina es de 1 metro cúbico. Su superficie de refrigeración es de 41 metros cuadrados. La temperatura media del aceite



170288

5 en este cristalizador es de 45°, mantenida haciendo pasar por la camisa de agua 450 litros de agua por hora (temperatura de entrada 17°C., temperatura de salida 34°C.). Desde esta tina la suspensión se conduce a una segunda tina de cristalización cuyo agitador da 20 revoluciones por minuto, siendo la temperatura media del aceite de este recipiente de 26°C., mantenida haciendo pasar por la camisa de refrigeración 1.200 litros de agua por hora (temperatura de entrada 13°C., temperatura de salida 17°C.). El lodo de cristales descargado de esta tina se hace pasar a un tanque colector con agitador y desde éste a un hidroextractor horizontal automático. El radio (r) y el número de revoluciones por minuto (n) se eligen de manera que el valor $-rn^2/900$ sea igual a 1.000. Después de cargarse el extractor funciona durante 8 minutos; luego la torta cristalina se corta automáticamente y sigue otra carga. El producto separado es de grano grueso y contiene 10% de aceite; los cristales contienen 20% de antraceno.

15 Partiendo de una tonelada de aceite de antraceno bruto se obtuvieron 790 kilogramos de aceite hidroextraído y 200 kilogramos de antraceno cristalino bruto, que contenía 20% de antraceno puro (todos los contenidos en tantos por cientos de peso).

Ejemplo 2.

25 Aceite de naftaleno bruto de 70°C. (campo de ebullición 180-250°C.) se suministra a la primera tina de cristalización en cantidad de 360 kilogramos/hora. El agitador da 20 revoluciones por minuto; la capacidad útil de la tina



1947

110288

es de 1 metro cubico, y su superficie de refrigeración 4,1 metro cuadrado. La temperatura media del aceite en dicho recipiente es de 23°C, que se mantiene haciendo pasar por la camisa de refrigeración 1.200 litros de agua por hora (temperatura de entrada 17°C temperatura de salida 25°C.) Desde esta tina, el aceite y los cristales formados se conducen a un segundo cristalizador, cuyo agitador da 20 revoluciones por minuto y 1.200 litros de agua por hora al través de su camisa (temperatura de entrada y de salida 14°C y 17°C respectivamente) mantienen la temperatura media de la suspensión en este recipiente a 22°C. Desde esta tina, el lodo de cristales pasa a un tanque colector (provisto de un agitador, y luego a un hidroextractor horizontal automático, cuyo radio -r- y cuyo número de revoluciones por minuto -n- se calculan de manera que el valor de $-rn^2/900$ sea igual a 1.000.

Después de la carga el extractor funciona cinco minutos, la torta de cristales se corta y sigue una nueva carga. El producto cristalino separado es de grano grueso, contiene 9% de aceite y se solidifica a 76,5°C. Lavando los cristales con agua fenolica caliente (65°C) el punto de solidificación puede elevarse a 78,5°C.

Partiendo de 1 tonelada de aceite naftaleno bruto se obtuvieron 640 kilogramos de aceite hidroextraído y 360 kilogramos de naftaleno cristalino bruto, que se solidifica a 76,5°C (todos los contenidos en tantos por cientos de peso).



1947

176288

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 17 de septiembre de 1946, bajo el número 127.668, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

5

- N O T A -

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

10 1º.- Un procedimiento perfeccionado de producir antraceno o naftaleno en forma cristalina por enfriamiento de aceite de antraceno o naftaleno respectivamente bruto, y separando los cristales así formados del aceite restante; caracterizado porque el aceite bruto, que tiene una temperatura igual o mayor que la temperatura de saturación del
15 aceite se refrigeran a temperatura inferior a esta temperatura de saturación, haciendo pasar el aceite continuamente por una o mas tinajas de cristalización refrigerada, que ya contienen algunos cristales de antraceno o naftaleno después de lo cual la suspensión de cristales en aceite se conduce desde el último cristalizador a un extractor donde el
20 producto cristalino se separa del aceite restante.

28



176288

2º.- Un procedimiento perfeccionado según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque los cristalizadores están conectados en serie.

5 3º.- Un procedimiento perfeccionado según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque la instalación se compone de un número de sistemas en conexión en paralelo consistiendo cada sistema en un número de tinas de cristalización conectadas en serie.

10 4º.- Un procedimiento perfeccionado según se reivindica en el punto 3º, caracterizado porque la calidad de los productos de cada sistema se regula ajustando la cantidad de aceite que pasa por cada sistema.

15 5º.- Un procedimiento perfeccionado según se reivindica en los puntos 1º, 2º, 3º y 4º, especialmente para el tratamiento de aceite de naftaleno bruto, caracterizado porque parte del aceite hidroextraído se devuelve a uno o mas cristalizadores de uno o más sistemas.

6º.- Un procedimiento para la producción de antraceno y naftaleno en forma cristalina.

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

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

25

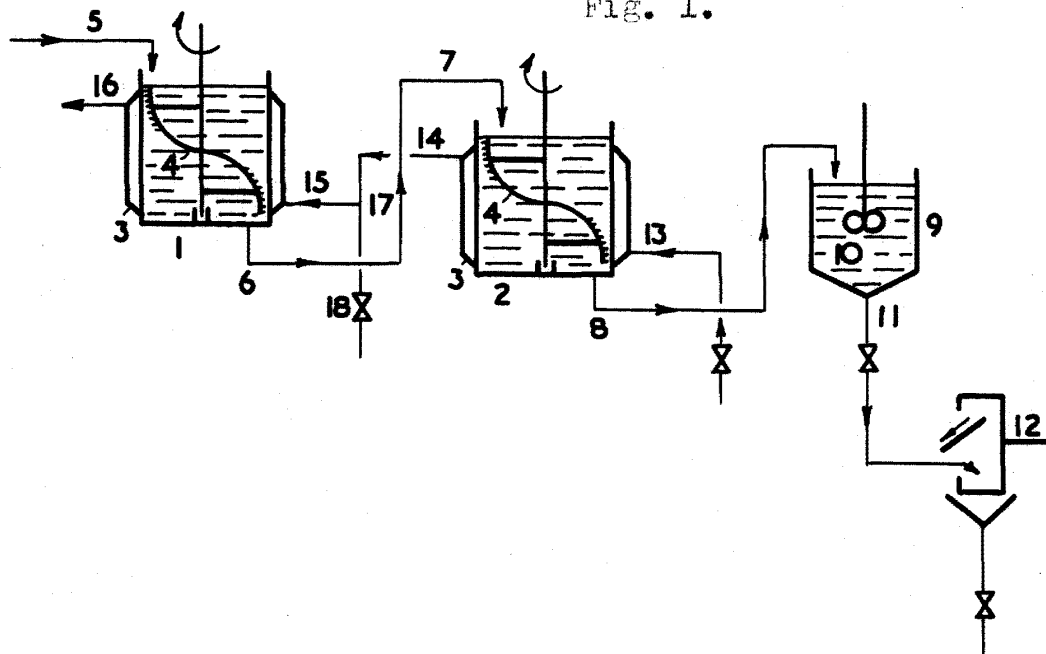
Madrid 28 NOV. 1947

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

176288

Fig. 1.



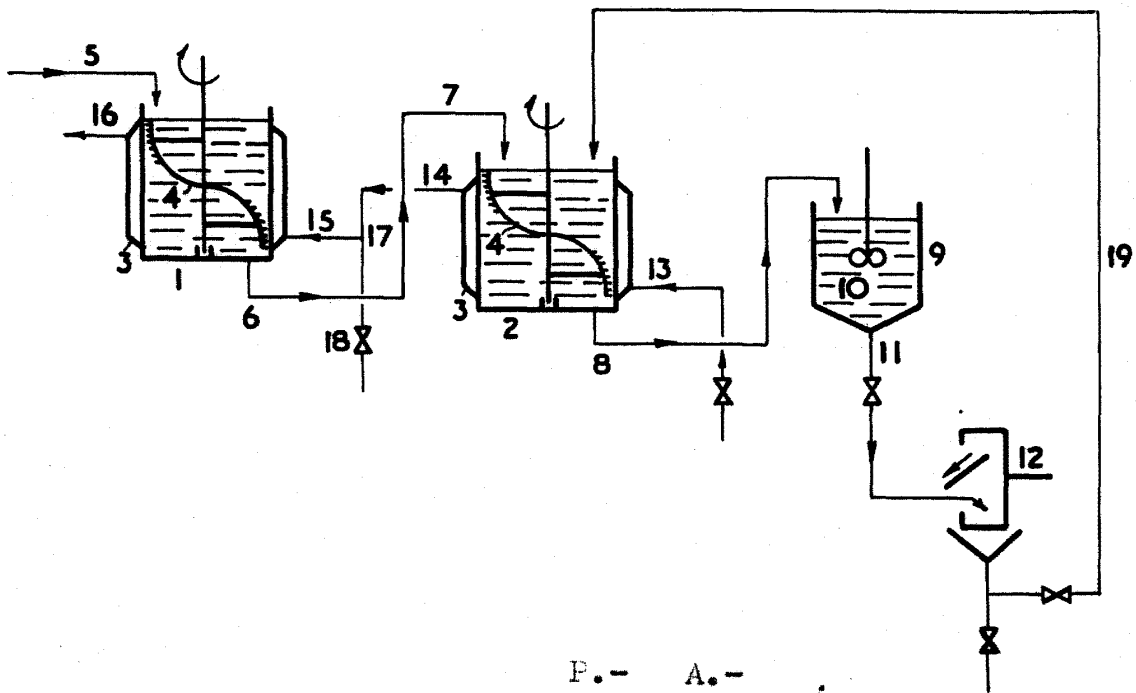
P.- A.-

ALBERTUS DE VRIES

176288



Fig. 2.



P.- A.-

Alberto de Elizaburu
Por Poder