



181053

EB/..

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de Invención, por veinte años, por: - Método para la purificación de líquidos - a favor de la firma N. V. Algemeene Norit Maatschappij, residente en Amsterdam-C., (Holanda) 2de Wetsringplantsoen, 15. -

El presente invento se refiere a un método de purificación de líquidos y más particularmente de disoluciones acuosas de sustancias orgánicas, como zumos o disoluciones de azúcar de remolacha y de caña, disoluciones de glucosa, dextrosa, massé, maltosa, lactosa y similares, y disoluciones de ácidos orgánicos y de sus sales, con auxilio de carbón granulado activo, con el fin, por ejemplo, de mejorar el color, el sabor y el olor de tales líquidos.

En la purificación de líquidos de la naturaleza arriba citada con carbón activo, este último se ha empleado hasta ahora en forma de polvo. Al emplear el carbón en esta forma el líquido se trata frecuentemente en contracorriente, y es sabido que se efectúa la purificación en dos fases, e a saber, primeramente con un producto que se utiliza una o varias veces y a continuación con carbón activo recién preparado, lográndose de este modo una economía en el coste de la decoloración.

181053



2. -

En algunos casos se recurre también a regenerar el carbón en polvo gastado, bien hirviéndolo únicamente una suspensión del carbón con una lejía alcalina y/o ácidos, o combinando este tratamiento químico con un tratamiento térmico, por ejemplo calentando el material a unos
5 600° C con exclusión del aire.

Frente a los inconvenientes de este método algunas veces pesado y a los aparatos bastante grandes requeridos en forma de depósitos mezcladores, prensas-filtro, filtros secundarios y eventualmente una instalación regeneradora, existen también ventajas importantes. Particularmente la cantidad de carbón empleado es pequeña y mediante correcciones ligeras de su porcentaje, es posible compensar en alto grado las diferencias de los caldos en tratamiento.
10

Las ventajas indicadas de los carbones activos pulverizados comparadas con la filtración en columna que emplea carbón de huesos granulados, son tan importantes que el empleo de carbones activos pulverizados ha encontrado cada vez más aceptación durante los últimos 30 años, no obstante el hecho de que la filtración en columna posee por sí ciertos méritos, más particularmente por requerir menos manipulaciones durante el proceso de la filtración y poderse obtener filtrados de distinta pureza, lo que frecuentemente conviene para la preparación de clases diferentes, como ocurre en las refinерías de azúcar.
15
20

Empleando carbón de huesos se requieren, sin embargo, grandes cantidades (10 %), de suerte que el aparato decolorador tiene que ser muy grande y para economizar tiene que regenerarse el carbón de huesos empleado. Pero la descarga de los filtros y la regeneración térmica de tan grandes cantidades de carbón de huesos lleva consigo una complicación considerable. De aquí que los filtros de carbón de hueso y los hornos regeneradores del mismo constituyen una rama extensa en las grandes refinерías de azúcar, en que se aplica este método.
25
30

181053



3.

En la práctica actual el carbón activo granular no se ha empleado ciertamente en columnas para la purificación de los líquidos antes citados.

5 La razón de esto se halla entre otras cosas en que por carecerse de métodos regeneradores adecuados, el empleo del carbón activo granular habría de resultar antieconómico comparado con el empleo de carbones activos pulverizados por las mayores cantidades que se habrían de emplear y por el mayor precio del carbón granular, la regeneración en hornos calentadores a la que se somete de ordinario el carbón de huesos, presenta muchas más dificultades cuando se aplica el carbón decolorante vegetal, debido a la estructura más blanda de éste último.

10 La aplicación práctica única del carbón activo granular ha sido hasta ahora su empleo para la purificación de agua con objeto de eliminar el sabor y el olor de los baños, las trazas de aceites y el exceso de cloro, en cuyo caso no se trata de eliminar materia colorante, y en pequeña escala, para mejorar el color, en los casos en que no se aplica la regeneración.

15 Ahora bien, se ha descubierto que puede también aplicarse con éxito la filtración en columna con carbón activo granular a los líquidos citados al comienzo de esta memoria, si se emplea carbón activo granular de propiedades definidas, gracias al cual puede evitarse la regeneración térmica del material gastado, en hornos especiales.

20 Gracias al mayor poder decolorante de este carbón, los filtros, a igualdad de capacidad decolorante, pueden entones ser mucho más pequeños que los filtros de carbón de hueso.

25 El método según el invento consiste en que el líquido que se ha de purificar, más particularmente una disolución acuosa de una sustancia orgánica, por ejemplo zumos o disoluciones de azúcar de caña y de remolacha, disoluciones de otros azúcares y disoluciones de ácidos orgánicos y de sus sales, se hacen pasar a través de una o de una mul-

181053



titud de columnas llenas de un carbón activo granular en estado seco, poseyendo

1/ peso específico de cuando más 250 g. por litro.

2/ un poder de adsorción para el benceno de al menos 25 sa-
lorías por gramo de carbón seco.

3/ a 20° C una adsorción de benceno de una corriente de aire saturado de 92,7 % con benceno a dicha temperatura, de al menos 60 g. por 100 g. de carbón seco.

y que el carbón parcialmente o totalmente gastado se regene-
re totalmente in situ por tratamiento con un líquido alcalino, segui-
do, si se desea, de un tratamiento con ácido.

Por regla general se prefiere un tamaño en los granos de 0'5 a 1'5 mm.

Empleando un carbón activo granular, de esta estructura especial, el resultado sorprendente que en primer lugar se consigue con el presente método en que se logra un efecto decolorante determinado con un porcentaje de carbón igual o menor que la cantidad necesitada del carbón ordinario decolorante pulverizado y además se ha descubierto que el carbón granulado puede regenerarse por vía puramente química sin necesidad de tener que sacar el carbón de los filtros.

El carbón activo granular empleado en el presente proceso debe tener una gran superficie interna que determina su capacidad decolorante, relacionada con un gran número de poros de tamaños grandes y pequeños, que sirven como accesos a la superficie interior. Debido a la presencia de este gran número de poros de entrada cuyas dimensiones no deben ser demasiado pequeñas, resulta también posible el que las impurezas existentes en el líquido que se ha de purificar, en forma de moléculas complejas, lleguen a toda la superficie interior del carbón.

En diversos líquidos que contienen sacarosa y glucosa, la sus-

181053

5.



5 tancia colorante se encuentra muchas veces en esta forma, y los efectos decolorantes conseguidos con el presente método son tan buenos como los logrados con carbón pulverizado de elevada actividad, cuya superficie interior es de por sí más fácilmente accesible por las impurezas, con relación a lo que exigiría el pequeño tamaño de las partículas de carbón.

-10 Otro efecto de esta estructura especial (que tiene gran valor en la práctica) consiste en que las impurezas adsorbidas en la superficie del carbón se eliminan más fácilmente por los líquidos regeneradores empleados que en el caso de los carbones activos granulares de una estructura más compacta.

15 Esta regeneración que se lleva a cabo con lejía a temperatura elevada y que, si se quiere puede seguirse o precederse de un tratamiento ácido, se aplica al procedimiento tan fácilmente y con tan buen resultado, cuando se utiliza carbón activo granular según el invento, que puede realizarse in situ y permite prescindir de la regeneración térmica.

20 En el decurso de los trabajos de experimentación se ha descubierto también que debe evitarse la presencia de coloides liofílicos y en general de sustancias que producen un fuerte "efecto Tyndall" en el líquido que se ha de tratar.

25 Como tales deben señalarse especialmente las proteínas o sustancias albuminosas, pectinas, etc. Estas impurezas, cuyas partículas son considerablemente mayores que las de las sustancias colorantes que se han de eliminar, se ha descubierto que cierran de tal modo la entrada de los poros y dificultan de tal manera la eliminación, que en ciertas circunstancias resulta muy difícil la regeneración completa con lejía in situ, por lo que respecta al carbón en cuestión.

30 Además, estas impurezas coloidales dispersas groseramente pue-

181053

6. -



den aumentar en un grado considerable la resistencia a la filtración en una corriente larga. Por consiguiente en ciertas circunstancias puede ser necesario tratar previamente el líquido con adsorbente hidrofílico, como bentonita, tierra de blanqueo o similares, tratada de antemano o no, y/o purificada.

Con las explicaciones detenidas antes dadas se comprende ahora que empleando carbones granulares activos más compactos y más finamente porosos y del mismo tamaño en los granos, la accesibilidad de la superficie interna es o se hace demasiado pequeña y da por resultado que el efecto decolorante decaiga demasiado rápidamente. Además la eliminación de las impurezas adsorbidas en la superficie del carbón por medio de lejía y de ácidos ha de resultar mucho más difícil o mucho menos completa en este caso.

En la práctica del método según el invento el líquido que se ha de decolorar (si se quiere, después de purificación previa con bentonita o similares) se hace pasar a través de una o varias columnas de carbón granular activo, hasta que la capacidad de adsorción del carbón se agota substancialmente. Con objeto de regenerar el carbón se hace luego pasar a través de la masa poco a poco una disolución de lejía, a temperatura elevada, preferentemente después de que el líquido remanente se ha evacuado por lavado lo más completamente posible. Si se quiere, después que la lejía se ha eliminado por lavado con agua, puede suplementarse esta regeneración mediante un tratamiento con ácido diluido, seguido de manera análoga de un lavado con agua. Por consiguiente, durante todos estos tratamientos no se necesita sacar el carbón de los aparatos.

Se ha descubierto que en muchos casos la capacidad adsorbente del carbón de estructura especial, empleado según el invento, se puede regenerar sustancialmente de modo completo, de suerte que el ciclo de la decoloración-regeneración puede repetirse un gran número

181053



7.

de veces. Si después del primer ciclo se observa un ligero descenso en dicha capacidad, este descenso no seguirá progresando.

El carbón empleado deberá tener preferentemente un tamaño en los granos no superior a 2 mm. Atendiendo a las exigencias aquí impuestas a este carbón, se deberá observar lo siguiente:

1/ el peso específico, esto es, el número de gramos de carbón seco por litro, se debe determinar después que los granos de carbón se han puesto a un volumen constante por extracción de todo su líquido.

2/ el poder de adsorción para el benceno se determina introduciendo el carbón granular (cuyos poros están llenos de aire) dentro de benceno líquido. Es sabido que los carbones activos se ha comprobado que poseen un más elevado poder de adsorción si el carbón se somete de antemano al vacío;

3/ la adsorción de benceno a 20° C de una corriente de aire saturada en 92'7 %, con benceno, se determina haciendo pasar una mezcla de aire seco y de vapor de benceno conteniendo 297 g de benceno por m³ sobre 100 g de carbón seco a 20° C, hasta que el peso no aumenta más. Si el carbón exige que la indicada adsorción de benceno sea por lo menos de 60 g por 100 g de carbón seco, el volumen de los poros activos con un diámetro de hasta 50 milímicras inclusive, será por lo menos de 68 cm³ por 100 g de carbón.

Si además el volumen de todos los poros (esto es, incluso los de mayor diámetro que 50 milímicras) llega a 200 cm³ o más por 100 g de carbón seco, entonces el carbón se prestará perfectamente para el presente procedimiento.

En particular, por lo que se refiere a disoluciones de glucosa y de sacarosa, se recomienda someter el líquido a una purificación previa antes de filtrarlo, ya que estas disoluciones pueden contener impurezas coloidales groseramente dispersas.

Debido al hecho de que el proceso se lleva a la práctica con una regeneración química solamente, las impurezas dejadas en el car

181053



8. -

bón no se destruyen por combustión, Además, puede ser conveniente se-
parar de antemano algunos compuestos metálicos, como los complejos del
hierro.

5 Como medio para purificar previamente los líquidos por lo que se
refiere a los adsorbentes hidrofílicos antes citados, puede también
emplearse carbón activo pulverizado (preferentemente con un gran nú-
mero de poros de gran tamaño) y otros agentes carbonosos de filtra-
ción, por ejemplo materiales carbonosos tratados con productos quími-
cos a temperaturas bajas, agentes minerales de purificación, como pre-
10 cipitados de fosfato de calcio, sulfito de calcio, carbonato de cal-
cio, hidróxido de aluminio, preferentemente en forma de gel, o combi-
naciones de dos o más de estas sustancias.

En casos especiales los filtrados obtenidos según el invento
pueden someterse, si se quiere, a un ulterior tratamiento con carbón
15 decolorante, que puede aplicarse en suspensión o en filtros secun-
darios.

Con objeto de aumentar la carga de servicio del carbón activo
pueden acoplarse en serie dos o más filtros del modo que se acostum-
bra en la filtración con carbón de huesos. Después que el primer
20 filtro está agotado prácticamente, se le lava con agua y después se
regenera, en tanto que el segundo filtro se pone en actividad como
prefiltro por delante de una columna llena de carbón recién regene-
rado.

El nuevo procedimiento puede también llevarse a la práctica
25 de modo que el carbón se cargue solo hasta tal grado que en un ser-
vicio solo se consuma parcialmente. Si por ejemplo se halla agotado
un filtro completamente después de un turno de cierto número de
días, conviene dejar inactivo el filtro después que se le ha utili-
zado, por ejemplo durante un tercio de este tiempo.

30 Los líquidos que se han de tratar pueden filtrarse a través
de la columna, bien atravesándola desde el fondo, bien desde la ca-

181053

9. -



beza hacia abajo.

Por regla general se recomienda que el tiempo de contacto no sea demasiado breve, el cual depende de la naturaleza de los líquidos que se han de tratar (más particularmente, de la viscosidad) y de la temperatura empleada. Por regla general un tiempo aparente de contacto de media hora o más es conveniente, lo cual supone que por m^3 de contenidos filtrantes no deberá pasar a través de un filtro de columnas según el invento más de $2 m^3$ del líquido por hora.

La regeneración se efectúa preferentemente con lejía caliente. En dependencia de la naturaleza del líquido que se ha de decolorar por carbón granular, de cuyo líquido siempre quedan trazas en el carbón en la práctica actual, y en dependencia de la naturaleza de las sustancias adsorbidas, la temperatura en la regeneración con lejía puede encontrarse por ejemplo dentro del orden de 50° a 95° C, aunque en algunos casos puede ser ventajoso emplear temperaturas superiores a 100° C, efectuándose la regeneración bajo presión. Los líquidos regeneradores se hacen pasar tras la columna preferentemente en dirección opuesta a la del líquido que se ha de purificar.

La concentración de la disolución de lejía empleada para la regeneración puede ser por ejemplo desde $0,05\%$ a 5% , y la de la disolución ácida de por ejemplo $0,05\%$ a 5% . La disolución alcalina puede también contener, si se quiere, agentes oxidantes, por ejemplo superóxidos.

Durante la regeneración se aplican más comunmente tres lavados con agua, el primer lavado previamente para eliminar los residuos del líquido en la columna de carbón, el segundo para eliminar la lejía tan completamente como sea posible, y el tercero para suprimir los residuos ácidos. En algunos casos se requiere una reacción débilmente ácida del carbón granular en los filtros, de modo que puede suprimirse el último lavado.

Si el carbón debe quedar completamente neutro después de la re

181053

20 DIE

10. -



generación (por ejemplo para el tratamiento de disoluciones refinadas el carbón puede someterse a un lavado final con una disolución tampón del pH requerido.

Si se desea, el tratamiento con lejía puede también ir precedido de un tratamiento con ácido.

El invento se ilustrará mejor con el siguiente ejemplo:

A una disolución diluída de glucosa de unos 30° Bx procedente del convertidor se agrega bentonita y el caldo se neutraliza hasta que posea un pH de 5'7, después de lo cual se filtra por un filtro de lienzo. El caldo claro así previamente purificado, con un color de por ejemplo 2'9° St. por 100 gramos de sustancia seca en 100 cm³, se ajusta a un pH de 4'2 y se hace pasar desde el fondo hacia arriba, en una proporción filtrante de 1 litro por hora por litro de carbón activo con las propiedades arriba fijadas, a través de una capa de 50 cm de altura. La temperatura durante la filtración es de 50° C. La filtración se continua hasta que el color del filtrado es de 0'1° St.; la cantidad de filtrado es entonces de 33 litros por litro de carbón activo.

Con objeto de regenerar el carbón se hace primero pasar agua con una temperatura de 55° C desde arriba hacia abajo a través del carbón hasta que el filtrado prácticamente no reaccione ya con el licor Fahling.

Luego se hace pasar una disolución de sosa caústica al 0'4 % en la misma dirección hasta que el carbón no dé prácticamente más color. Inmediatamente el carbón se lava con agua hasta que el filtrado tenga una reacción débilmente alcalina; se hace pasar a través del carbón ácido clorhídrico al 0'4 % a una temperatura de 70° C hasta que el pH del filtrado sea de unos 4, y a continuación el ácido clorhídrico se elimina tan completamente como sea posible mediante lavado con agua caliente.

Se ha descubierto que el carbón después de treinta ciclos de

181053

11. -



adsorción y regeneración, todavía era capaz de producir grandes cantidades de filtrado de un color inferior a 01^a St., lo que demuestra no haberse reducido la capacidad de adsorción, de manera que hay que concluir que cada vez fué la regeneración verdaderamente completa.

5 Los caldos filtrados después de concentrados al vacío hasta unos 80^a - 85^a Bx, produjeron un jarabe decolorado de un sabor particularmente puro.

N O T A

La presente patente, consta de las siguientes reivindicaciones:

10 1. - Método para purificar líquidos y más particularmente disoluciones acuosas de sustancias orgánicas, como azúcares, ácidos orgánicos y sus sales, caracterizado porque el líquido se hace pasar a través de una columna o de varias columnas llenas de carbón granular activo, el cual en estado seco tiene un peso específico de cuando
15 más 250 g por litro, un poder de adsorción para el benceno de por lo menos 23 calorías por gramo de carbón seco y una adsorción de benceno a 20^a C de una corriente de aire saturado al 92.7 % con benceno a dicha temperatura, de por lo menos 60 g por 100 g de carbón
20 seco y porque el carbón parcial o totalmente agotado se regenera in situ por tratamiento con un líquido alcalino.

2. - Método según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el líquido se priva de antemano de impurezas coloidales tan completamente como sea posible.

25 3. - Método según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque en la purificación el tiempo aparente de contacto entre el líquido y el carbón es de por lo menos media hora.

4. - Método según lo reivindicado en los puntos 1 á 3, caracterizado porque el líquido regenerador se hace pasar a través del

181053



12. -

carbón en una dirección opuesta a la del líquido que se ha de purifi -
car.

5 5. - Método según lo reivindicado en los puntos 1 á 4, caracte -
rizado porque después del tratamiento del carbón total o parcialmente
exhausto con un líquido alcalino, tiene lugar un ulterior tratamiento
con ácido.

6. - Método para la purificación de líquidos. -

10 Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva y
que consta de doce hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola
de sus caras.

Madrid, a 29 de Diciembre de 1947.