

186399

PATENTE DE INVENCION



CAS 159^a

186399

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOBRE:

"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ALCOHOL EXTRA-NEUTRO".

Solicitantes: LES USINES DE MELLE, residentes en:
Saint Léger-les-Melle, DEUX SEVRES,
Francia.

Desde hace mucho tiempo, en la práctica industrial, se ha resuelto el problema de la producción de alcohol extra-neutro, es decir, de alcohol que tenga exclusivamente el olor del estanol puro, ya sea a partir de los licores hidroalcohólicos de baja graduación obtenidos por fermentación de las materias azucaradas o amiláceas naturales o de las materias azucaradas procedentes de la hidrólisis de la celulosa, ya sea a partir de los alcoholes impuros de alta graduación, designados

5. bajo el nombre de "flemas" y procedentes de la destila-

10.



21 5 186399

ción simple de los licores del primer tipo.

En todos los productos enumerados más arriba, el porcentaje de impurezas, con relación al alcohol etílico puro, está comprendido en un promedio que oscila

15. entre 5/10000 y 5/1000, comprendiendo estas impurezas productos que pertenecen a las clases generales siguientes: aldehidos, ácidos, alcoholes superiores, éteres acéticos de alcoholes superiores o éteres etílicos de ácidos superiores, aminas, compuestos derivados del furfurool, etc.

20. Los procedimientos conocidos no permiten alcanzar una alta pureza del alcohol rectificado, sino con la condición de consentir, en los aparatos de destilación, extracciones extremadamente importantes de productos designados por los términos generales "alcoholes de mal sabor" y "aceites solubles" o "aceites insolubles" y que encierran una fuerte proporción de alcohol etílico.

25.

Es por esta razón que industrialmente es necesario extraer como promedio, bajo la forma de alcohol impuro, 15 a 25% del alcohol contenido en los licores alcohólicos puestos en obra, lo cual representa un rendimiento de alcohol puro del orden de 75 a 85%. En el producto extraído, la relación de la impureza con el alcohol etílico se eleva entonces de 5/10.000 o 5/1.000 a 3/1.000 o 3/100. Estos alcoholes impuros no pueden ser asignados

30. más que a empleos secundarios. En consecuencia, su precio de venta es ampliamente inferior al del alcohol extra-

35. neutro.

En los procedimientos clásicos de rectificación del alcohol, con depuración denominada de baja graduación, el líquido alcohólico, eventualmente diluido,

40.

186399 - 27



es introducido en un aparato depurador que comporta una zona de agotamiento y una zona de concentración, y en cuya base se introduce la cantidad de vapor necesaria para realizar el agotamiento total de las impurezas. Estas últimas son retiradas por la cabeza de la columna, mezcladas con una fuerte proporción de alcohol, mientras que el alcohol purificado es sometido a una purificación final en una rectificadora.

Se había tratado de mejorar esta técnica clásica, con el fin de reducir la pérdida de alcohol en las impurezas extraídas: según este procedimiento, denominado "de hidroselección", se vaporiza solamente en la columna de depuración a bajo grado una muy pequeña parte, en general un 0,5%, de líquido alcohólico, eventualmente diluido previamente hasta un valor comprendido entre 1 y 20% de alcohol, evitando, en el curso de esta destilación, toda concentración del alcohol gracias a un riego de agua caliente efectuado desde arriba. Las impurezas son extraídas por el vértice de la columna de hidroselección sin ninguna retrogradación.

Después de numerosos ensayos, se ha comprobado que este modo de depuración no era satisfactorio en el sentido de que, por una parte, no es perfectamente operante, pues, el alcohol obtenido es aún relativamente rico en impurezas, y que, por otra parte, las impurezas que son efectivamente eliminadas son acompañadas por una fuerte proporción de alcohol. En consecuencia, es necesario someter al alcohol a una nueva purificación y, a este efecto, proceder al retiro macizo habitual de alcohol impuro. Por otra parte, las pérdidas de alcohol en el curso de la eliminación

1863997



de las impurezas por la parte superior de la columna de hidroselección no son despreciables.

- Según esto, la Solicitante encontró que este procedimiento podía ser considerablemente mejorado, con
75. la condición de ser conducido de una manera particular. En efecto, constató que era posible provocar una acumulación mejor localizada de las impurezas en una zona en que se las puede retirar fácilmente, esta acumulación de impurezas bajo una forma concentrada, tiene por efecto
80. reforzar considerablemente la acción de la retención constituida por el riego de agua contra la subida del alcohol sobre las plataformas superiores de la columna. El procedimiento permite entonces obtener alcohol extra-neutro conteniendo menos de 5 gramos de impurezas por hectolitro con un rendimiento superior a 98%, y extraer las impurezas a una concentración tal que la relación $\frac{\text{impurezas}}{\text{alcohol}}$ es superior a 1.
- 85.

La presente invención consiste esencialmente:

- a) en introducir el líquido alcohólico alimenticio en una depuradora del tipo conocido, recibiendo por
90. su parte inferior, como en el procedimiento clásico de depuración a bajo grado, la cantidad de vapor necesaria para poder realizar el agotamiento completo de la impureza más difícil a extraer o separar, sea 50 a 80 Kg. de vapor por hectolitro de alcohol;
- 95.
- b) en realizar por la parte superior de la columna un riego de agua, conocido en sí, de tal manera que la proporción del alcohol en las plataformas de concentración permanece siempre inferior a 20% en peso;
- 100.
- c) en retirar las impurezas por la parte supe-

186399⁵ -

27 DIC.



rior de esta zona de concentración a una velocidad correspondiente a la cantidad contenida en el líquido alimenticio;

105. d) en retrogradar todo el excedente, en el vértice de la columna, siendo esta retrogradación del orden de 50 por lo menos, lo cual permite constituir en la parte superior de la zona de concentración una zona de impurezas muy concentradas. En efecto, dado que todas las impurezas del alcohol, con excepción de los ácidos y eventualmente del metanol, presentan con respecto a las soluciones alcohólicas de menos de 20%, coeficientes de destilación superior a 1, se las encuentra acumuladas en la parte superior de la zona de concentración donde se clasifican por orden de volatilidad.

110. La Solicitante ha encontrado que, en estas condiciones, el fenómeno de lavado del alcohol mediante agua es considerablemente reforzado en esta zona, lo cual permite, contrariamente a los procedimientos conocidos, recoger las impurezas bajo una forma que encierra una débil proporción de alcohol y realizar de esta manera rendimientos elevados de alcohol puro.

115. Los ejemplos siguientes, dados a título de ejemplos no limitativos, con relación a los dos esquemas de aparejo, harán comprender bien la manera en que puede ser realizada la invención. En estos esquemas, las columnas han sido representadas provistas de un calentamiento mediante inyección de vapor, pero se las puede calentar también por vapor en superficie y aún de otra manera.

EJEMPLO 1 -

120. Se alimenta una columna de depuración E (figura

130.

186399



135. 1) con unas flémas impuras con 80% en peso de alcohol procedente de la fermentación de melazas de remolachas, a razón de 1,250 Kg. por hora y se envía a la base de la columna una cantidad de vapor correspondiente a 80 Kg. por hectolitro de alcohol puro tratado.

Las flemas purificadas corren por el tubo 2 en la columna R rectificadora, en cuya base se introduce, por un tubo 11, la cantidad de vapor necesaria como para asegurar la concentración del alcohol.

140. Por el tubo 3 y la bomba P, se devuelve por la parte superior de la columna E 5.500 Kgs. por hora de vinazas que salen de la base de la columna R (sea alrededor de 550% con relación al peso de alcohol contenido en el líquido alimenticio), el excedente es retirado por el

145. tubo 4.

Gracias al efecto de tiraje realizado por este líquido, se observa en los platillos de la parte superior de la columna E, la presencia de un líquido muy concentrado en impurezas que se retiran por el tubo 5, a razón de 22,5 Kg. por hora, teniendo este líquido la siguiente composición:

150.

- aldhidas: 1,5 Kg.
- ésteres : 1 Kg.
- aceites : 3 Kg.
- alcohol : 5 kg.
- agua : 12 kg.

155.

De acuerdo con la invención, todo el excedente del destilado es retrogradado a la cabeza de la columna E, lo cual representa un coeficiente de retrogradación

160. del orden de 60.



- El alcohol diluido que corre por el tubo 2 hacia la columna R está prácticamente exento de impurezas; se le concentra hasta un 93.50% en peso. Para liberarlo totalmente de los rastros de productos odoríferos, por ejemplo, aminas y pequeñas cantidades de ésteres livianos (acetato de etilo) que hubieran podido formarse en esta columna en razón de la presencia de ácido, se saca el alcohol concentrado "pasteurizado" por el tubo 7 y se le agota en una columna final F, ligeramente calentada por su base y de donde se extrae por el tubo 9, 1.057 Kg. de alcohol concentrado extra-puro, teniendo un 93.5% en peso y conteniendo menos de 5 gramos de impurezas por hectolitro de alcohol, lo cual representa un rendimiento de alcohol de más de 98.8%.
- 165.
- 170.
- 175.
- 180.
- Con el fin de evitar toda acumulación de rastros de productos odoríferos mencionados más arriba en la cabeza de la columna R, se vuelve a enviar por el tubo 6 a la columna E, una cierta cantidad de alcohol recogido en la parte superior de la columna R, correspondiente a un 1 a 2% del tiraje de alcohol puro.

EJEMPLO 2 -

- En la parte superior de la sección E2 de la columna de agotamiento (figura 2) se introduce 32.000 kg/hora de mosto impuro con 5% de alcohol que resulta de la fermentación de mostos de remolachas. El mosto se agota de impurezas en la sección E2 y de alcohol en la sección E1 gracias a un calentamiento efectuado por el tubo 11 en la base de E1 y que se regula de manera de asegurar el agotamiento correcto.
- 185.
- 190.
- El mosto agotado corre bajo la forma de vinaza

186399 27



por el tubo 3'.

Los vapores epurados son enviados por el tubo 2 a la columna R de rectificación, en cuya parte inferior son agotadas de alcohol gracias a un calentamiento conveniente efectuado por el tubo 12'.

La totalidad del líquido agotado (flemazas) corriendo por la base de R es vuelta a enviar por el tubo 4' y la bomba P', hacia la parte superior de la columna de concentración de impurezas E3. Este líquido, que representa alrededor de 3.000 a 3.500 litros por hora (sea alrededor de 200% con relación al peso de alcohol contenido en el líquido alimenticio), drena hacia la parte inferior el alcohol que tuviera tendencia en elevarse en la columna E3. La cantidad de vapor que atraviesa las secciones E2 y E3 es regulada gracias a una canilla a, de tal manera que el gasto de vapor en este conjunto, con relación al alcohol tratado, sea del orden de 50 Kg. por hectolitro.

Las impurezas concentradas son extraídas mediante los tubos 5 y 5'. Por el tubo 5 se recoge principalmente las impurezas del tipo de las aldehidas y de los ésteres livianos, mientras que por el tubo 5', se extrae esencialmente los ésteres más pesados y las impurezas del tipo amílico. Esta extracción de impurezas por los tubos 5 y 5' está regulada a un débito de 26,5 Kg/hora en total, la composición media del conjunto de los productos extraídos es:

- aldehidas : 1,5 Kg.
- ésteres : 3,2 Kg.
- aceites : 4,8 Kg.

186399

- alcohol : 5 Kg.
- agua : 12 Kg.



225. Todo el excedente de impurezas concentradas destiladas en la parte superior de la columna, es retrogradado a la cabeza de E3, lo cual representa un coeficiente de retrogradación del orden de 50.

230. La extracción final del alcohol extra-puro se realizará mediante un dispositivo análogo al descrito en el ejemplo 1, es decir, la columna F y los tubos 7, 8 y 9. Esta disposición presenta aún más interés cuanto el conjunto de la columna R es siempre susceptible de dejar pasar una cierta cantidad de gas carbónico que puede arrastrar con él rastros imponderables de productos odoríferos.

235. La cantidad de alcohol puro extraído por el tubo 9 con 93,5% en peso es de 1.695 Kg./hora, representando un rendimiento del orden de un 99%.

EJEMPLO 3 -

240. Se alimenta la depuradora E (figura 1) con unas flemas impuras que tienen una graduación alcohólica de un 75% en peso y procedente de la fermentación de leñas sulfíticas, a razón de 2000 Kg. por hora; se calienta la base de la depuradora E mediante una cantidad de vapor correspondiente a 70 Kg. por hectolitro de alcohol puro tratado.

245.

Por el tubo 3 y la bomba P se vuelve a enviar a la parte superior de E 8000 Kg. por hora de vinazas que corren en la base de la columna R, siendo extraído el excedente por el tubo 4.

250. Por el tubo 5 se saca 37,5 Kg/hora de impure-

186399



zas concentradas que tienen la siguiente composición:

255+

- aldehidas : 5,7 Kg.
- ésteres : 2 Kg.
- aceites : 3,6 Kg.
- metanol : 0,2 Kg.
- alcohol : 11 Kg.
- agua : 15 Kg.

260. En la parte superior de la columna E, se saca lateralmente por el tubo 7, 1570 Kg/hora de una mezcla conteniendo un 93.5% en peso de alcohol etílico y de metanol que es tratada en una columna final por los medios conocidos con el fin de extraer el metanol. El rendimiento en alcohol puro es de 97,8%.

265. Con el fin de evitar el retorno de metanol en la columna depuradora E, puede ser preferible de no efectuar por el tubo 6 el retorno de impurezas. Para ésto basta con cerrar la canilla que figura en el tubo 6. En este caso, los rastros de impurezas odoríferas que pueden acumularse en la parte superior de la columna R se vuelven a encontrar en el alcohol extraído por el tubo 7 y se eliminan en la columna final al mismo tiempo que el metanol.

270. EJEMPLO 4 -

275. En la parte superior de la sección E2 de la columna de agotamiento representada en la figura 2, se envía, por hora, 15.000 Kg. de mostos con 8% en peso de alcohol procedente de la sacarificación y de la fermentación del maíz. Se opera como en el ejemplo 2, elevándose el gasto de vapor de calentamiento provisto por el tubo 280. 11' a 40 Kg. por hectolitro de alcohol puro tratado.

186399

- 11 -



La totalidad del líquido agotado (flemaza) es vuelta a enviar a la parte superior de E3 por el tubo 4' y la bomba P', sean 1500 a 2000 litros/hora.

285. Por los tubos 5 y 5' se retira en total 17,1 Kg. de impurezas cuya composición media es la siguiente:

- aldehídos : 0,6 Kg.
- ésteres : 0,7 Kg.
- aceites : 3,8 Kg.
- alcohol / 4 Kg.
- agua : 8 Kg.

290.

Por el tubo 7 se saca 1.260 Kg/hora de alcohol puro de 93,5% en peso. Rendimiento: 98%.

295. No se sale del cuadro de la presente invención aportando al método precedentemente descrito a título de ejemplo ciertas modificaciones de detalle.

300. En particular, la Solicitante ha constatado que el agua de riego podía encerrar sin inconveniente, algunos porcentajes de alcohol. Esto permite, en el caso del tratamiento de los mostos (figura 2), suprimir la parte inferior de la rectificadora R situada por debajo de la tubería 2. En este caso, el líquido a 3-4° G.L. que corre sobre el platillo de llegada de los vapores alcohólicos que provienen de E1, es enviado a la parte superior de la depuradora E3. En estas condiciones, el calentamiento 12' se vuelve inútil.

305.

310. De una manera general, el procedimiento se aplica para la depuración de los líquidos alcohólicos de cualquier procedencia: flemas y mostos de remolachas, de las melazas, de las papas reales, líquidos alcohólicos obtenidos por sacarificación de las materias amilá-

186399

270



ceas, mostos de lejías sulfíticas, etc.

- Sin embargo, es necesario señalar que el metanol, que existe en ciertas materias primas alcohólicas y particularmente en los mostos de lejías sulfíticas,
315. tiene un comportamiento completamente especial: en efecto; a pesar de su punto de ebullición poco elevado, no es rechazado hacia la columna de depuración al mismo tiempo que las otras impurezas, pues, en razón de su extrema solubilidad en el agua, posee coeficientes de destilación
320. inferiores a 1 en las condiciones de dilución existentes en esta columna. Se comporta entonces exactamente como el alcohol etílico y se encuentra con él en la columna de rectificación final donde se le elimina mediante los medios conocidos. Sin embargo, aún en el caso particular
325. que acaba de ser mencionado, el procedimiento conserva todo su interés para la eliminación de las impurezas usuales que acompañan el metanol en los mostos de sulfito.

- N O T A -

- Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza
330. del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, se hace constar que los procedimientos anteriormente descritos son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento. También se hace constar que
335. dicho invento se refiere a una Patente presentada en Francia con fecha 14 de Enero de 1948, bajo el N° 548.455 acogándose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del mismo y por lo que se solicita Patente de Invención por veinte años en España: "Procedi-
- 340.

186399 27 DIC.



miento para la fabricación de alcohol extra-neutro"; caracterizándose por lo siguiente:

345. 1º - Procedimiento para la fabricación de alcohol extra-neutro, con depuración a bajo grado en una depuradora que recibe por su base la cantidad de vapor necesaria para el agotamiento total de las impurezas, con la excepción de los ácidos y eventualmente del metanol, y regada en su parte superior por agua pura o agua ligeramente alcohólica, procedimiento caracterizado por el hecho de que en el vértice de la depuradora se extrae una cantidad de impurezas correspondiente a la que está contenida en el líquido alcohólico alimenticio y que se retrograda todo el excedente del destilado de manera de crear en la parte superior de la depuradora, una acumulación de impurezas muy concentradas, en las cuales la relación $\frac{\text{impurezas}}{\text{alcohol}}$ es superior a 1, siendo el alcohol purificado seguidamente sometido a una rectificación final por los medios clásicos.

360. 2º - Procedimiento para la fabricación de alcohol extra-neutro, según lo especificado en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el coeficiente de retrogradación en la parte superior de la columna de depuración es del orden de 50 a 60.

365. 3º - Procedimiento para la fabricación de alcohol extra-neutro, según lo especificado en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se regula el riego de agua de manera que la proporción del alcohol en los platillos de la zona de concentración de la depuradora sea siempre inferior a un 20% en peso.

370. 4º - Procedimiento para la fabricación de

27 D/48



186399

alcohol extra-neutro, según lo especificado en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que como agua de riego, se utilizan las vinazas o flemasas procedentes de la rectificadora.

375.

5º - Procedimiento para la fabricación de alcohol extra-neutro; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria y representado en los dibujos que se acompañan.

380.

Esta Memoria consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

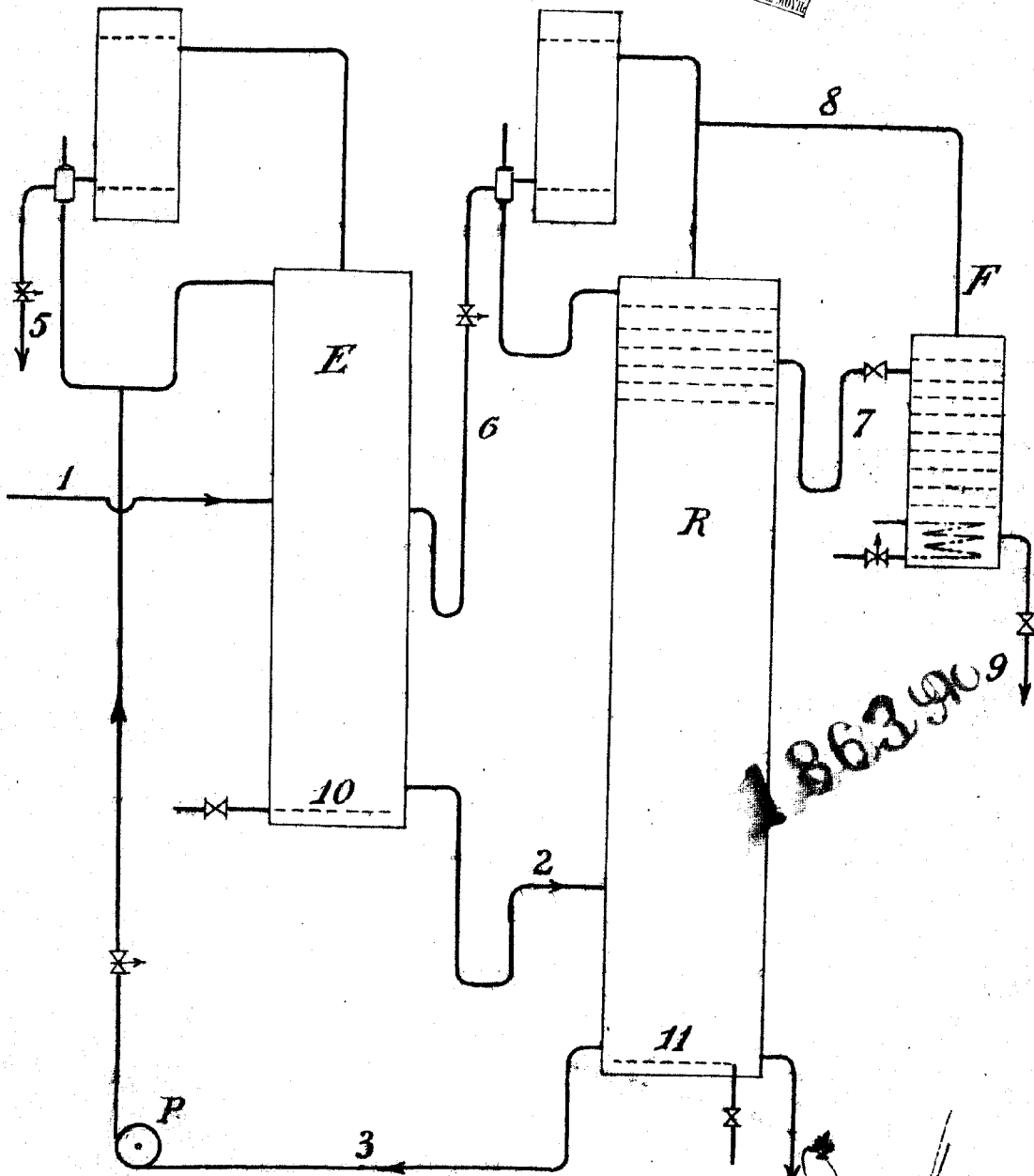
Madrid, 27 de Diciembre de 1948.

LES USINES DE MELLE.

Por Poder de J. GONZALEZ CEBALLOS

186399

Fig. 1.



186399

Madrid, 27 de diciembre de 1948.

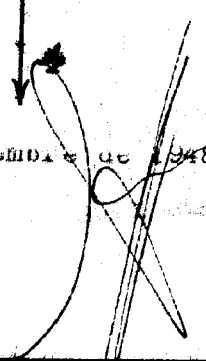
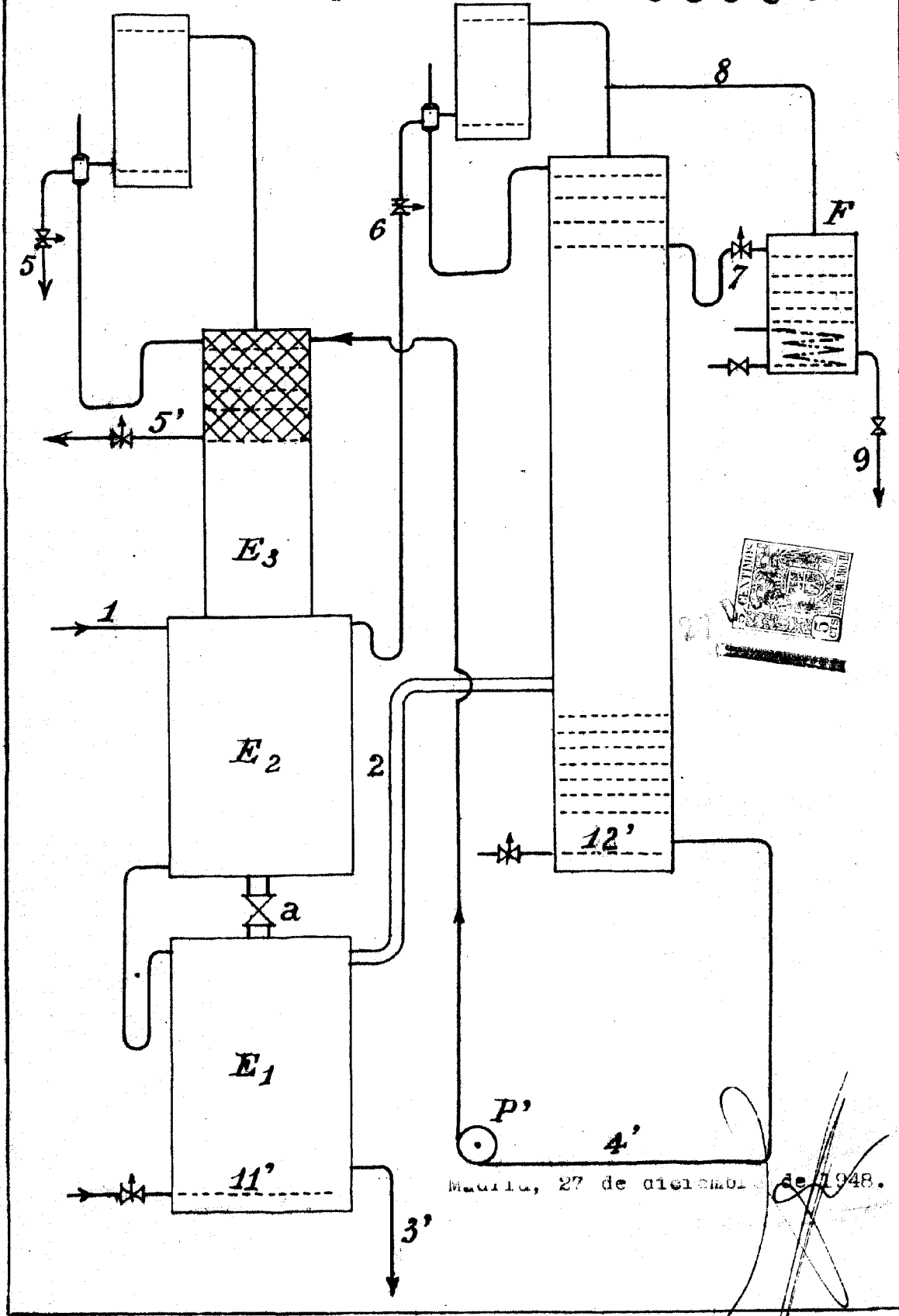


Fig. 2.

186399



Madrid, 27 de diciembre de 1948.