

194465



Int. Cl.:

C12H

memoria descriptiva

CLASE DE REGISTRO

Un Modelo de Utilidad, por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE

VEBA-CHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.

- sociedad alemana -

RESIDENCIA Y DOMICILIO

Gelsenkirchen-Buer (Alemania)
Dorstener Strasse 227.

OBJETO

" DISPOSITIVO PARA LA PURIFICACION DE ETANOL "

9 7 4 7 8

194465

194463



1

Los alcoholes crudos obtenidos en diferentes procedimientos, como es conocido, están impurificados con una serie de materias cuya eliminación va unida a considerables dificultades. Los usuales procedimientos de purificación trabajan en general de tal modo que el líquido conteniendo alcohol, que debe purificarse, se introduce en una columna, en cuyo extremo inferior se introduce la cantidad de vapor necesaria para la eliminación de las impurezas. Entonces las impurezas se extraen arriba en la columna, mientras que el alcohol purificado se somete a una purificación posterior en un dispositivo de rectificación. Las impurezas contienen todavía considerables cantidades de alcohol, cuya separación es muy difícil.

5

10

15

20

25

Especialmente en la purificación de alcohol, procedente de la hidratación catalítica de etileno, también puede procederse de tal modo que primeramente se ajusta el valor pH del producto de reacción, por adición de materiales alcalinos, para situarse entre 6 y 9, después de lo cual se destila fraccionadamente, y la solución de etanol así obtenida se hidrata en presencia de un contacto de níquel y se destila fraccionadamente otra vez.

30

Mientras que el procedimiento últimamente mencionado es complicado y costoso, los procedimientos primeramente mencionados ante todo tienen el inconveniente de que resultan considerables cantidades de alcoholes de poco valor. Por lo tanto, se ha propuesto proceder en la purificación del siguiente modo. En una columna se carga en el centro el alcohol crudo, en la parte inferior la cantidad de latón necesaria para la extracción de las impurezas,

94465

94465

27



- 2 -

1
5
10
15
20
25
30

mientras que en la parte superior de la columna se efectúa un rociado con agua pura o débilmente conteniendo alcohol, y esto de tal modo que allí la concentración del alcohol no sobrepase el 20%. En la punta de la columna se sacan los vapores, que contienen las impurezas en forma concentrada, se condensan y de nuevo se conducen al fondo superior de las columnas, en lo que, sin embargo, se extrae una cantidad parcial del condensado, de tal modo que la cantidad desviada corresponda a la cantidad de impurezas contenidas en el líquido de partida. En la parte superior de la columna se forma entonces una zona de impurezas muy concentrada. Es decir, este procedimiento puede mejorarse todavía más, porque se dispone en la cabeza de la columna un fondo de decantación para alcanzar una separación del líquido acumulado allí en una capa superior, rica en impurezas, que se extrae y una capa inferior. De esta manera debe ser posible obtener rendimientos de más de 99,5% de alcohol puro. Sin embargo, se ha demostrado que el procedimiento no es adecuado para la purificación de alcoholes de síntesis propiamente impurificados, que especialmente contengan cantidades mayores de éter y de aldehidos, ya que no es posible una separación de los líquidos por decantación, a causa de la insuficiente disociación de la mezcla. Para evitar fenómenos de corrosión y para elevar el efecto de purificación además es deseable que, desde la parte inferior de la columna conectada detrás, se provea de álcali el agua de rociado (agua lavadora) cargada sobre la cabeza de la primera columna.

Sin embargo, en esto se producen, por el conteni

194465

194465



- 3 -

1

do de aldehidos del alcohol crudo, productos a modo de resinas, que se depositan parcialmente en forma de incrustaciones sobre los fondos de la columna y producen un perjuicio en la eficacia de la columna. Estos fenómenos son especialmente muy fuertes cuando el etileno de partida, antes de la síntesis, no se somete a ninguna hidratación separada.

5

10

Como a consecuencia de esto el acetileno, contenido en el etileno, se convierte en su mayor parte en acetaldehido, se producen incrustaciones muy fuertes y fenómenos de resinificación, que hacen imposible un procedimiento seguro en su funcionamiento. Además, es necesario interrumpir de tiempo en tiempo el procedimiento para prever complicadas y costosas medidas de limpieza. Según el procedimiento conocido, por lo demás, no es posible sin más purificar un alcohol crudo inmediatamente que se presente en concentración pequeña. En general se parte de alcohol de 60% y más. Si la concentración es inferior, entonces tienen que preverse todavía instalaciones especiales, mediante las cuales se alcanza una reconcentración previa.

15

20

25

30

El presente modelo de utilidad se refiere ahora a un procedimiento para la fabricación de un alcohol altamente purificado en rendimiento muy elevado, a partir de un producto de síntesis, como se obtiene especialmente en la hidratación catalítica de etileno mediante contactos de ácido fosfórico llevado sobre materias portadoras porosas. El alcohol resultante en la síntesis en concentración aproximada de 10 a 15%, en primera línea está impurificado con considerables cantidades de aldehidos, como acetaldehido, crotonaldehido, sorbinaldehido, además con ácidos, así como al-

0775
94465

194465

27



- 4 -

1 coholes superiores y éter, ésteres como etilacetato etc.

5 Según el modelo se efectúa la separación de estas impurezas de tal modo que el alcohol crudo, tal como resulta en la síntesis, sin reconcentración previa, no se carga en el centro, sino sobre la parte superior de una primera columna lavadora, mientras que el agua de lavado, extraída en el fondo de una columna rectificadora, contenida posteriormente, liberada ampliamente del alcohol, que tiene un valor pH de 8 a 12, se introduce de tal modo en la parte superior de la primera columna, que uno o pocos fondos por debajo del lugar de entrada del producto crudo penetra en la columna, en lo que el condensado obtenido de los vapores extraídos de la primera columna lavadora, total o parcialmente se carga sobre una segunda columna lavadora menor, mientras que el condensado residual, eventualmente restante, se devuelve en corriente de retorno sobre la primera columna lavadora.

15 El procedimiento según el modelo, de acuerdo con esto, resuelve el problema de producir un alcohol de elevada pureza con rendimiento extraordinariamente alto, sin fenómenos de resinificación, porque el rociado en el agua lavadora alcalina solo se efectúa en una zona de la columna, que en su mayor parte está libre de impurezas formadoras de resinas, Por el contrario, éstas están acumuladas concentradamente en la zona superior, ya que, a consecuencia de la elevada dilución del alcohol crudo cargado en la cabeza, en su mayor parte llegan a la corriente previa y no a la corriente posterior. Para separar las cantidades de alcohol, que todavía existan eventualmente en los vapores ex

20
25
30



1 traídos en la cabeza de la columna, se conecta posterior--
mente una segunda columna lavadora esencialmente menor, que
solamente necesita estar efectuada como columna de cuerpos
de relleno y sobre los que se cargan el condensado o los va
5 pores mismos, obtenidos de aquellos vapores. Una parte del
condensado puede cargarse de nuevo en contracorriente, so-
bre la primera columna. Por ello se eleva esencialmente el
rendimiento de alcohol frente a los procedimientos hasta -
ahora usuales.

10 La adición de álcali se efectúa adecuadamente des-
pués de haberse sacado el agua de lavado fuera de la colum-
na de rectificación, respectivamente antes de su entrada en
la columna lavadora. También es posible cargar el álcali, -
ya en la columna de rectificación, por encima de la entrada
15 del alcohol diluido. La adición se efectúa en ello de tal -
modo que se garantice un valor pH del agua lavadora entre 8
y 12. Como materiales adicionales alcalinos entran en consi-
deración soluciones acuosas o alcohólicas, por ejemplo, de
los diferentes hidroxidos y carbonatos de álcali o alcalino
20 térreos. Preferentemente se emplea hidróxido sódico o potá-
sico.

25 Por medio del dibujo pueden explicarse detallada-
mente una forma de ejecución a título de ejemplo del proce-
dimiento y de una instalación empleada para ello. El alco--
hol de 10 a 15% penetra en 1 en la columna lavadora 2. Las
impurezas recogidas en la parte superior de la columna 2 -
pasan al condensador de retroceso 3, cuyo condensado se -
carga total o parcialmente, a través de la tubería 5 sobre
la segunda columna lavadora 6, mientras que el resto even--
30 tualmente restante, como retroceso vuelve por la tubería -
4, a la columna lavadora 2. En el fondo de la columna 2, -

8778

194465

27



- 6 -

1 por la tubería 9, se extrae el líquido, conteniendo aproxima-
madamente de 8 a 12% de alcohol y se aporta a la rectifica-
ción en la columna 12. El agua de lavado extraída en el fon-
do de esta columna, después de adición de tanto álcali, que
5 se garantice un valor pH de 8 a 12, se carga por una tube-
ría provista de una bomba 16, hacia la columna 2, donde con
una temperatura de aproximadamente 95 a 100° C se carga en
un fondo por debajo de la entrada del alcohol crudo. Igual-
mente, el líquido extraído en el fondo de la columna 6 se -
10 vuelve a cargar por una tubería, provista de una bomba 40,
sobre la columna 12.

Los vapores extraídos de la columna 6, van al re-
frigerador 7, en los que se separan en el separador 8 las im-
purezas resultantes como condensados. Desde la columna de -
15 rectificación 12, por una tubería (no indicada en el dibujo)
el alcohol puro se extrae en un rendimiento de 99,8%, mien-
tras que los vapores sacados por la cabeza, después de con-
densación en el refrigerador 13, se vuelven a conducir par-
cialmente por la tubería 14 en retroceso sobre la cabeza de
la columna, respectivamente pasan por la tubería 15 a la co-
20 lumna 2. Sobre la cabeza de la columna 6, por una tubería -
provista de una bomba 11, puede cargarse todavía más conden-
sado. Igualmente la segunda columna lavadora 6, a través de
la tubería 17 puede rociarse con agua de lavado.

25 En lugar de los alcoholes obtenidos en la hidra-
tación catalítica de etileno, mediante contactos de ácido -
fosfórico, también pueden obtenerse en buen rendimiento y -
alta pureza otros alcoholes, que estén presentes en solu-
ción diluida y que contengan impurezas en gran cantidad se-
30

0775

194465

27 NOV 1970



- 7 -

1

5

10

15

20

25

30

mejantes, por ejemplo a aquellas, que se obtienen mediante otros contactos como óxido de volframio, dióxido de titanio etc. o que se obtienen por fermentación de materiales artificiales o naturales, de la manera descrita. Sin embargo, - se ha demostrado, que el método de trabajo según la patente es especialmente adecuado para el alcohol resultante en el procedimiento primeramente mencionado, ya que es posible renunciar a una hidratación efectuada antes de la síntesis, - del acetileno contenido en el etileno de partida.

Ahora se ha demostrado sorprendentemente que este procedimiento también puede ejecutarse de tal modo que el agua de lavado, no se introduce uno o varios fondos por debajo de la entrada del alcohol crudo en la columna, sino - aproximadamente penetra a igual altura que el alcohol crudo. Adecuadamente, el alcohol crudo y el agua lavadora en ello se introducen sobre el fondo más superior de la columna. Este procedimiento tiene la ventaja especial de que se separan - casi cuantitativamente sobre la cabeza como producto de preferencia los hidrocarburos superiores, alcoholes superiores, como por ejemplo ciertos polietilenos líquidos de bajo valor molecular y etilalcohol terciario y por ello se suministra un alcohol esencialmente más puro desde el sumidero de la - columna lavadora a la columna rectificadora, que si el producto crudo se introdujera en la parte central o superior - de la columna. Una ventaja especial de este procedimiento - es también que, al utilizar columnas de cobre u otras resistentes a la corrosión, el alcohol crudo también puede ser - destilado por un valor pH por debajo de 8, en especial también por debajo de 7, es decir en estado ácido sin adición

0775

194465

27 NOV



1
5
10
15
20
25
30

de lejía sódica. En estos se ha demostrado sorprendentemente que la prueba de permanganato del alcohol terminado también corresponde totalmente, sin adición de lejía sódica, a las condiciones de calidad, por lo que se ha demostrado que también los aldehidos superiores, especialmente los in saturados, por el modo de la destilación se habían alejado prácticamente en su totalidad. Además se demuestra que también la reacción de aceite metílico con aldehido salicílico presenta valores esencialmente mejores que si el alcohol se destila según los procedimientos hasta ahora conocidos.

El procedimiento según el presente modelo reside en el conocimiento sorprendente, de que, no obstante al lugar de entrada más alto del agua de lavado, no pueden observarse fenómenos de resinificación y que el grado de pureza del alcohol producido está situado esencialmente más alto que en los procedimientos hasta ahora usuales.

Esto probablemente debe residir en que los aldehidos, contenidos en el alcohol crudo, salen destilándose muy rápidamente, de modo que por debajo del lugar de entrada del alcohol crudo, prácticamente ya no pueden encontrarse componentes aldehídicos, hidrocarburos y alcoholes superiores. Adecuadamente se procede entonces, en la ejecución del procedimiento, de tal modo que el alcohol crudo, por ejemplo, se carga sobre el fondo superior de la primera columna y que en el mismo fondo entonces también se carga el agua lavadora alcalina mediante la cual se efectúa el rociado.

-0-0-0-0-0-0-0-

194465

27 NOV 1970

1
5
10
15
20
25
30

N O T A

El presente modelo de utilidad, comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Dispositivo para la purificación de etanol, caracterizado por una columna lavadora, que en la parte superior está provista de una tubería para el suministro del producto crudo, y una tubería, que desemboca uno o pocos fondos más profundamente para el suministro del agua de rociado retirada desde la columna de rectificación, y otra columna lavadora, conectada detrás de la primera columna lavadora y unida con ésta y con el condensador, que las está coordinado, por medio de tuberías, estando prevista otra tubería para seguir conduciendo el líquido, retirado en el fondo de la columna, hacia la columna de rectificación.

2.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque la tubería que sirve para el suministro del agua de rociado sobre la primera columna, desemboca en la columna en un lugar, que en esencia está situado a igual altura que el lugar de entrada del producto crudo, pero no por encima de este lugar.

3.- Dispositivo para la purificación de etanol.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, ilustrada en los planos adjuntos, la cual consta de nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a

27/NOV/1970
CARLOS ROEB
P. P.

Fdo.: Francisco del Pezo

405

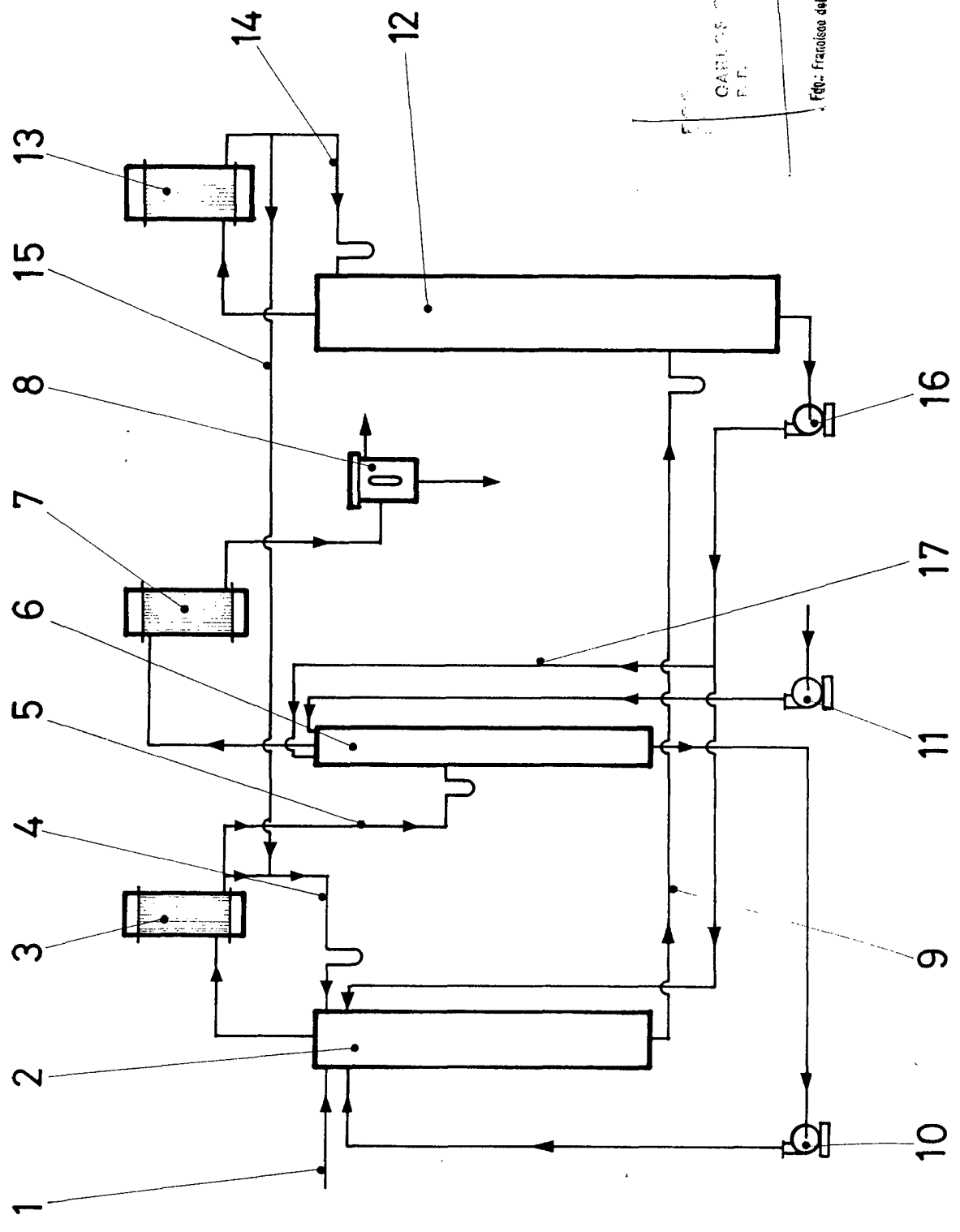


Foto:
 CARLOS JUB
 P.F.
 Foto: Francisco del Pozo

20147