

196433



196433

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención por 20 años,  
a nombre de:

F. J. COLLIN A.-G., residente en Dortmund,  
Westfalendamm 72 (Alemania), por "PROCE-  
DIMIENTO PARA LA DESTILACION CONTINUA DE  
ALQUITRAN, ESPECIALMENTE ALQUITRAN DE HU-  
LLA".

=====

La destilación del alquitrán de julla se realiza hoy casi  
exclusivamente por procedimiento discontinuo y esto a causa de  
que una gran cantidad de alquitrán se calienta en una retorta de  
destilación poco a poco a una temperatura de 400° o más alta, de  
5 suerte que luego se expulsan temporalmente una tras otra las di-  
versas fracciones y se condensen separadamente.

En algunos casos se ha realizado modernamente la destila-  
ción del alquitrán por método continuo y para esto dicho alqui-  
trán se conduce a través de un horno tubular y luego las diver-  
10 sas fracciones se extraen en una columna de destilación acoplada  
después, a diversas alturas de la misma. También en este proce-  
dimiento el alquitrán se debe calentar en el horno tubular por  
encima de 400°, cuando se quiere separar por lo menos la mitad  
del alquitrán para obtener una pez ordinaria.

15 Los procedimientos hasta ahora seguidos tienen el inconve-

196433



niente de que con esta destilación se obtiene cuando más el 45% en forma de destilados, de modo que queda un residuo de 55 % de pez. El invento se ha propuesto realizar de tal modo la destilación que reduciendo convenientemente la porción de pez se obtengan mucho más destilados que hasta el presente.

El invento se funda en el conocimiento de que la causa de la gran porción porcentual de pez que se presenta en los métodos hasta hoy seguidos, se halla en que por las polimerizaciones y policondensaciones originadas en el caldeo se forma adicionalmente pez. En este proceso actúan como catalizadores por ejemplo ciertos elementos minerales contenidos en el alquitrán, como combinaciones de cinc o hierro y similares, y además la presencia de oxígeno del aire. En estas condiciones ciertos elementos del alquitrán, por ejemplo el indeno y sus homólogos mono o polimetilados o propilados, tienen tendencia en presencia del oxígeno del aire a formar polimerizaciones, por ejemplo ya a la temperatura ordinaria. Los campos de ebullición de estas sustancias reaccionables, por ejemplo de los indenos o cumaronas, llegan hasta el campo de temperatura de la naftalina e incluso superan temperaturas de unos 220 a 240° C.

La solución del problema presentado según el invento consiste en que la destilación continua del alquitrán se realiza en un procedimiento de varias fases, de tal modo que en una o dos fases previas se separen los elementos del alquitrán con inclinación a polimerizaciones o policondensaciones, antes de que se ejecute en una o varias fases extremas la destilación de las fracciones con más alto punto de ebullición. En general es suficiente con que la destilación se efectúe en dos etapas, de modo que en la primera etapa se destilen los elementos cuyo punto de ebullición llega hasta unos 270-300°, mientras que las fracciones restantes se destilan en una segunda etapa a temperaturas superiores a 400°. A la conveniente para aislar los elementos con



tendencia a polimerizaciones y policondensaciones, puede trabajarse con presión normal, con lo cual se evita la inconveniente aspiración del oxígeno del aire. Por el contrario, en la última etapa se requiere también en el método del invento trabajar con vacío.

Mediante ensayos se ha comprobado que con el método del invento desarrollado en dos etapas de destilación, es posible obtener del alquitrán bruto de 65 a 70 % de destilados, de suerte que por tanto solo se produzca de 30 a 35 % de pez. Esta pez se obtiene como pez dura especialmente valiosa.

Dentro del alcance del invento es posible, para obtener elementos del alquitrán de elevado peso molecular, agregar como disolventes sustancias azeotrópicas -especialmente elementos de alquitrán o petróleo- y realizar inmediatamente después de la destilación la separación del o de los disolventes azeotrópicos por cristalización del o de los elementos de elevado peso molecular que se han de aislar.

Por sustancias azeotrópicas en el sentido del invento se han de entender aquellos medios cuyo punto de ebullición se encuentra en la zona del o de los elementos de alquitrán que se han de separar, y los cuales (especialmente en forma de vapor) poseen la propiedad de disolver la sustancia que se ha de aislar. Como sustancias azeotrópicas adecuadas se prestan especialmente elementos del mismo alquitrán que por ataques químicos a la molécula se desplazan en sus puntos de ebullición al campo de los elementos originales del alquitrán que se han de separar por fraccionamiento azeotrópico. Estos ataques consisten por ejemplo en incorporar a las moléculas halógenos sustitutivos o aditivos. Por incorporación única o repetida se tiene la posibilidad de desplazar los puntos de ebullición, por ejemplo de las sustancias binucleares o también del bencol, a las zonas que permitan una destilación azeotrópica de los cuerpos tri o tetranucleares.

196433



80 De este modo se puede enriquecer y aislar en alto grado las sus-  
tancias tri, tetra o polinucleares, lo que significa una ventaja  
económica importante para el fenantreno, antraceno, carbazol, pi-  
reno, criseno etc.

El procedimiento del invento se destina principalmente a la  
85 destilación de alquitrán de hulla, pero también se presta para la  
destilación de alquitrán de lignito.

En la puesta en práctica del procedimiento en dos etapas  
según el invento, el alquitrán deshidratado se lleva por una bom-  
ba al primer grado o fase de un horno tubular, donde se calienta  
90 a 270-300° C. Con esta temperatura penetra en la parte inferior  
de la primera columna fraccionadora, de la que en capas de diver-  
sas alturas se separan las fracciones de más bajo punto de ebulli-  
ción hasta el acenafteno.

El residuo que sale del fondo de la primera columna se ca-  
95 lienta en una segunda etapa o grado del horno tubular a unos 450°  
C y luego penetra en una segunda columna fraccionadora, dado el  
caso después de incorporar disolventes azeotrópicos. De esta se-  
gunda columna se destilan al vacío y obtienen luego separadamente  
las fracciones de los elementos de elevado peso molecular, por  
100 ejemplo antraceno, pireno, criseno, piceno etc.

Si quiere desarrollarse el procedimiento en tres etapas, en-  
tonces en la primera etapa se trabajará preferentemente con una  
temperatura de unos 230-240°, en la segunda etapa hasta 300° y en  
la tercera etapa hasta 450°. La destilación múltiple de por lo me-  
105 nos dos etapas propuesta por el invento, esto es el empleo de por  
lo menos dos columnas fraccionadoras y los correspondientes hornos  
tubulares, lleva consigo la ulterior ventaja de que al ocurrir al-  
guna avería en una de las etapas de servicio puede realizarse la  
elaboración del alquitrán únicamente en la segunda etapa, pudien-  
110 do entonces escoger diversamente la temperatura según el producto



final perseguido. Las columnas pueden tener un tamaño igual o distinto.

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

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

115 1.- Procedimiento para la destilación continua de alquitrán, especialmente alquitrán de hulla, caracterizado porque la destilación continua del alquitrán se realiza en un procedimiento de varias fases o gradaciones, de tal manera que en una o dos etapas previas se separen los elementos del alquitrán con tendencia a polimerizaciones o policondensaciones, antes de que en una o varias 120 etapas finales se realice la destilación de las fracciones de elevado punto de ebullición.

2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado por el empleo de un horno tubular dividido en gradaciones correspondientes.

125 3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque la destilación continua se realiza en dos fases en columnas fraccionadoras, trabajando la primera fase con una temperatura de 270-300° C y la segunda fase con una temperatura de unos 450° C.

130 4.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2 o 3, caracterizado porque en la etapa o etapas de destilación destinadas a aislar los elementos de elevado peso molecular de alquitrán, se incorporan como disolventes sustancias azeotrópicas (especialmente elementos de alquitrán o petróleo), y porque inmediatamente a la destilación tiene lugar la separación del o de los 135 disolventes azeotrópicos por cristalización del o de los elementos de elevado peso molecular que se han de aislar.

5.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1 o siguientes, caracterizado porque la destilación en la fase previa

= 6 = 196433



140 se realiza a presión normal, mientras la destilación en la segunda o en la última fase se efectúa al vacío.

Esta patente recae sobre "PROCEDIMIENTO PARA LA DESTILACION CONTINUA DE ALQUITRAN, ESPECIALMENTE ALQUITRAN DE HULLA", como queda descrito en la presente memoria y caracterizado en la anterior Nota.

Madrid, 6 de Febrero de 1.951.

ANTONIO FERNANDEZ PASCUAL

P. P.