



23

198463

198463

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

F. J. COLLIN A.-G., domiciliada en Dortmund, Westfalendamm Nº 72 (Alemania), por "PROCEDIMIENTO PARA LA DESTILACION DE ALQUITRAN Y PRODUCTOS DE ALQUITRAN".

=====

Según el estado actual de la técnica se puede destilar el alquitrán de hulla de diversos modos. El antiguo método de destilación consiste, como es sabido, en destilar el alquitrán en calderas. Así se produce una descomposición totalmente incompleta del alquitrán de hulla en aceite ligero, aceite medio, aceite pesado y aceite de antraceno y se puede por análisis por ejemplo comprobar en la destilación de esta descomposición, sustancias que según su punto propio de ebullición se encuentran muy por abajo de la zona de ebullición de la fracción propia, esto es, dichas sustancias se arrastran a la zona más alta de ebullición por puntos azeotrópicos de ebullición. Como ejemplo basta citar el fenol, el cual, como es sabido, con los elementos básicos del alquitrán de hulla presenta puntos azeotrópicos de ebullición muy buenos de suerte que en una destilación ordinaria con casco incluso hasta el último extremo puede comprobarse por análisis

198463²³



el fenol en la zona del aceite de antraceno o del llamado aceite verde, fenol que se arrastra hasta esta zona de ebullición por los elementos básicos de la zona del antraceno y que finalmente queda aún en el residuo de la destilación, en la pez.

20 El otro o segundo método de destilación del alquitrán de hulla consiste en destilarlo en columnas, tanto por el sistema discontinuo como por el continuo.

El sistema discontinuo de destilación del alquitrán permite ciertamente disgregarlo en los elementos principales con una exactitud o precisión considerablemente mayor, especialmente en la zona de las sustancias que referidas al sistema anular se encuentran en la zona de los cuerpos de un anillo o de dos anillos. Mediante por ejemplo conveniente fraccionamiento es posible evitar el arrastre del fenol.

30 También es posible obtener por ejemplo la naftalina en estado muy rico con referencia al contenido de naftalina del alquitrán.

También en la zona de las sustancias que se componen de dos cuerpos de seis núcleos y de cuerpos de cinco núcleos adosados o interpuestos, se consigue también mediante fraccionamiento ordinario un enriquecimiento muy notable.

Pero en la zona de las sustancias de tres núcleos o incluso de cuatro núcleos, o sea de los cuerpos de elevado peso molecular (fenantreno, antraceno, carbazol, pireno, criseno, naftaseno, piceno, coroneno y similares) ya no es posible por el método ordinario del fraccionamiento en columnas, ni por vía continua ni discontinua ningún enriquecimiento elevado y por consiguiente ninguna disgregación técnicamente importante para la elaboración industrial de estos cuerpos.

45 El procedimiento discontinuo del método conocido de destilación tiene además el inconveniente de que se debe sobrepasar



ampliamente la temperatura crítica de reacción del alquitrán en la destilación para obtener fracciones brutas por tres o cuatro núcleos y por ello se originan cracking inconvenientes. Según la experiencia la temperatura crítica de reacción se encuentra a unos 350°. Las temperaturas más altas en el proceso de destilación dan por resultado fenómenos de cracking, que pueden determinarse ya de modo perfecto mediante el control de los pesos específicos de los destilados. En el método discontinuo por columnas no se presenta ciertamente este fenómeno en el grado que en el proceso continuo, pero todo sobrecaldeo del alquitrán aún en el proceso continuo da por resultado, por ejemplo en el sistema de tubos calentadores, cracking inconvenientes y por tanto la formación de coque y otros similares.

De aquí que para evitar estas perturbaciones no se sobrepase en estos métodos conocidos, de las temperaturas críticas de calefacción.

Pero de este modo se dificulta mucho y en gran parte la obtención de las sustancias trinucleares en forma cuantitativa y en parte incluso es imposible, prescindiendo totalmente de que en el procedimiento continuo de destilación no pueden por ejemplo aislarse las sustancias tetranucleares, por ejemplo el pireno, criseno, benzoflureno o brasano.

Se han descrito también procedimientos azeotrópicos de destilación, de modo especial para la obtención de alcohol y de sustancias en la zona de ebullición del benzol.

Así para la aplicación de una destilación azeotrópica se han recomendado por ejemplo alcoholes con no más de 3 átomos de carbono, y también sustancias de bajo punto de ebullición, como metildioxano o formiato de etilo. Pero las temperaturas de ebullición de estas sustancias azeotrópicas se encuentran exclusivamente en la zona de ebullición del etanol y del benzol.

19846323



Ahora bien, se ha comprobado sorprendentemente que pueden realizarse también destilaciones azeotrópicas en zonas más altas y altísimas de ebullición del alquitrán y productos de alquitrán, por ejemplo de antraceno bruto o de pez, de modo que mediante destilación puedan aislarse en estado muy enriquecido las sustancias de tres o de cuatro núcleos o elementos de punto de ebullición todavía más alto, en la zona de ebullición hasta de 450° y superior, sirviéndose de acompañantes azeotrópicos adecuados de la ebullición.

Los éxitos en la destilación azeotrópica en las zonas elevadas y elevadísimas de ebullición deben atribuirse al hecho de que las sustancias que se han de emplear azeotrópicamente, se empujan por tratamiento químico (por ejemplo de halogenación) no solo a sus puntos de ebullición más altos, sino que además se producen moléculas de peso molecular muy elevado, por ejemplo hidrocarburos clorados.

De este modo gracias a cargar las moléculas con el pesado átomo de cloro en lugar del átomo de hidrógeno, se rebaja también extraordinariamente la presión del vapor de las mismas, de suerte que la presión de su vapor penetra en la zona de la presión del vapor de las sustancias de alto y altísimo peso molecular del alquitrán o pez o queda un poco por abajo o por encima de dicha zona.

Según el invento, para aislar los elementos de elevado peso molecular del alquitrán se habrán de agregar como sustancias azeotrópicas elementos de alquitrán o de petróleo, cuyo punto de ebullición gracias a convenientes ataques químicos a la molécula se encuentran en la zona de la destilación azeotrópica de los elementos de elevado peso molecular del alquitrán, y a continuación de la destilación se realizará la separación por cristalización del disolvente o de los disolventes azeotrópicos y del



19846323 J

110 elemento o elementos de elevado peso molecular que se hayan de aislar. El procedimiento según el invento se destila preferentemente a la destilación continua, pero puede también aplicarse en el método discontinuo.

115 Por sustancias azeotrópicas deben entenderse los medios cuyo punto de ebullición se encuentra en la zona del elemento o elementos del alquitrán que se han de aislar y los cuales (especialmente en forma de vapor) tienen la propiedad de disolver la sustancia que se ha de aislar. Como sustancias azeotrópicas adecuadas se emplean según el invento elementos del alquitrán que por ataques químicos a la molécula se han desplazado en sus puntos de ebullición a la zona de los elementos originales del alquitrán que se han de separar por fraccionamiento azeotrópico. Estos ataques consisten por ejemplo en unir a las moléculas sustitutiva o aditivamente halógenos. Mediante una fijación sencilla o múltiple se tiene la posibilidad de desplazar los puntos de ebullición, 125 por ejemplo de las sustancias binucleares o también del benzol, a las zonas que permiten la destilación azeotrópica de los cuerpos tri o tetranucleares.

Hasta ahora no ha sido posible aislar en una fracción técnicamente de elevada riqueza el fenantreno existente en varios 130 por ciento en el alquitrán de hulla. Por adición de cloronaftalina en el proceso de destilación puede obtenerse una separación intensa precisamente de las sustancias trinucleares, el fenantreno, antraceno y carbazol. Mediante ensayos se ha comprobado que basta para el procedimiento agregar 20 a 25 por ciento en peso, 135 referido a la cantidad de pez que se ha de disociar.

También, como es sabido, los grupos oxí introducidos en la molécula desplazan el punto de ebullición y otras propiedades hacia arriba, de suerte que también aquí existe la posibilidad de una destilación azeotrópica.



140 Igualmente el empleo de sustancias de clase extraña, por ejemplo productos de petróleo, permiten una separación azeotrópica correspondiente de los puntos de fusión muy elevados, por ejemplo del carbazol con punto de fusión de 248° o del criseno con punto de fusión de 250°, situado en la zona de las sustancias tri y tetranucleares.

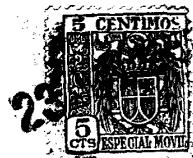
145 El nuevo procedimiento permite disgregar en altísimo grado en sus elementos la pez ordinaria, que en general se contiene en el alquitrán en por lo menos 50 hasta incluso 60%, pudiendo separarse por fraccionamiento los cuerpos cristalinostetra o pentanucleares empleando azeótropos adecuados, en estado tan enriquecido
 150 cual no puede lograrse en forma técnicamente pura mediante métodos físicos sencillos de elaboración, por ejemplo mediante cristalización y centrifugación.

155 Con el procedimiento según el invento es posible aislar todos los elementos de elevado peso molecular del alquitrán en fracciones separadas. Pero naturalmente también es posible por lo que respecta a este aislamiento, limitarse a uno o varios de estos elementos, por ejemplo el carbazol. En la práctica del procedimiento es siempre conveniente que el disolvente azeotrópico que
 160 queda libre al separarse por cristalización los elementos que se han de aislar, se vuelva al proceso de destilación en la circulación.

165 Las sustancias azeotrópicas pueden agregarse al alquitrán y a sus productos después de eliminar los elementos de bajo punto de ebullición. Pero también es posible agregar dichas sustancias ya al producto bruto.

El procedimiento según el invento se destina en primer lugar a la destilación de los productos del alquitrán de hulla, pero se presta también para los productos del alquitrán de lignito.
 170 Puede igualmente aplicarse ventajosamente el procedimiento para

198463



la destilación de productos aislados del alquitrán, por ejemplo antraceno bruto.

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

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

- 175 1.- Procedimiento para la destilación de alquitrán y productos de alquitrán mediante adición de sustancias azeotrópicas para aislar los elementos de elevado peso molecular del alquitrán, caracterizado porque como disolventes azeotrópicos se emplean o agregan elementos de alquitrán o de petróleo, cuyos puntos de
- 180 ebullición mediante ataques químicos adecuados a la molécula se desplazan a la zona de la destilación azeotrópica de los elementos de elevado peso molecular del alquitrán, y porque a continuación de la destilación se efectúa la separación por cristalización del disolvente o disolventes azeotrópicos y el elemento o
- 185 elementos de elevado peso molecular que se han de aislar.
- 2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el disolvente azeotrópico se agrega al alquitrán o al producto de alquitrán después de eliminar los elementos de bajo punto de ebullición.
- 190 3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 o 2, caracterizado porque el disolvente azeotrópico que queda libre en la cristalización, se vuelve a incorporar a la circulación del proceso de destilación.
- 4.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 o
- 195 siguientes, caracterizado porque como sustancias azeotrópicas se emplean elementos del alquitrán en cuyas moléculas se fijan halógenos (especialmente cloro) sustitutiva o aditivamente.
- 5.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 4, caracterizado porque como disolvente azeotrópico se emplea nafta-
- 200 lina mono o policlorada.

= 8 =

198463

23



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

Madrid, 23 de Junio de 1.951.

ANTONIO FERNANDEZ PASCUAL

et al.

Antonio Fernandez Pascual