

PATENTE DE INVENCION

Br.3178/51 & 10768/51.

201799



201799

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Perfeccionamientos en la recuperación del ácido acético
"de sus disoluciones acuosas".

=====

SOLICITANTES: COURTAULDS LIMITED, residentes en
16 St.Martin's-le-Grand, LONDRES,
Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a la recuperación del ácido acético de las disoluciones acuosas del mismo.

En la memoria de la patente española nº 194.386, se ha descrito un procedimiento para la recuperación del ácido acético de sus disoluciones acuosas, que comprende el añadir a éstas glicol dimetoxitetraetilénico ($O(CH_2CH_2OCH_2CH_2)_2$) el separar de la mezcla, por destilación fraccionada, prácticamente toda el agua presente, y el recuperar luego el ácido acético, con preferencia por destilación fraccionada de la mezcla de ácido acético y glicol dimetoxitetraetilé-

10.



nico, libre o prácticamente libre de agua. Este procedimiento de recuperación utiliza el principio de destilación extractiva, en el que el glicol dimetoxitetraetilénico se usa como disolvente de extracción.

15. El objeto de este invento es proporcionar una clase distinta de disolvente de extracción.

De acuerdo con este invento, un procedimiento para la recuperación del ácido acético de sus soluciones acuosas, comprende el añadir a la solución, como disolvente de extracción:

20. a) - acetato de metoxi triglicol:
 $\text{CH}_3 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$,
 b) - diacetato de diglicol:
 $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$,
 25. c) - acetato de metoxi diglicol:
 $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_3$,
 d) - acetato de etoxi triglicol:
 $\text{C}_2\text{H}_5 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$,
 30. e) - dimetoxi triglicol:
 $\text{CH}_3 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_3$, 6
 f) - dimetoxi diglicol:
 $\text{CH}_3 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_3$;

35. el separar de la mezcla, por destilación fraccionada, prácticamente toda el agua presente y el recuperar el ácido acético preferiblemente por destilación fraccionada, de la mezcla libre o prácticamente libre de agua, de ácido acético y del disolvente de extracción empleado. La relación molecular del disolvente de extracción antes indicado al agua presente
 40. en la solución acuosa de ácido acético es, con preferencia, del orden de 1 a 5 : 1.

Los disolventes de extracción antes indicados, son derivados de diglicol y triglicol en los que los grupos hidroxilo se han convertido en grupos acetilo o en grupos

201799

- 3 -



45. metoxi o etoxi. Son especialmente adecuados para usarse como disolventes de extracción en la recuperación del ácido acético, por ser miscibles en todas proporciones con el agua y con el ácido acético y químicamente inertes para ambos y por no formar con ninguno de ellos un azeotropo; tienen además puntos de ebullición suficientemente superiores al del ácido acético - que es del orden de 160º C. a 280º C. - para permitir la separación del ácido y del disolvente por la destilación fraccionada. Así, el acetato de metoxi triglicol, hierve a 244º C.; el diacetato de diglicol, a 247º C.; el acetato de metoxi diglicol a 208º C.; el acetato de etoxi triglicol, a 260º C. aproximadamente; el dimetoxi triglicol a 220º C.; y el dimetoxi diglicol a 161º C. Los disolventes antes indicados dan lugar a un pronunciado aumento en la volatilidad del agua con respecto al ácido.
- 50.
- 55.
60. El procedimiento de acuerdo con este invento resulta especialmente aplicable a la recuperación de ácido acético de soluciones acuosas diluidas del mismo que contengan, por ejemplo, hasta alrededor del 15 % de ácido acético, en las que los procesos corrientes de destilación azeotrópica resultan antieconómicos. La destilación de los líquidos de baños de filatura de acetato potásico, empleados en la aplicación práctica del procedimiento descrito en la memoria de la patente española nº 190.269, proporciona destilados que contienen de 10 a 11% de ácido acético, y estas soluciones son especialmente adecuadas para la rectificación por este invento.
- 65.
70. La destilación fraccionada para recuperar el ácido acético de su mezcla con disolvente de extracción se realiza con preferencia, aunque no necesariamente, a presión reducida.
- 75.

201799 - 4 -



- El procedimiento a que este invento se refiere puede llevarse a cabo con un aparato de funcionamiento continuo tal como el representado en el dibujo adjunto, que comprende una columna o torre de destilación 1 calentada por una caldera 2 que puede convenientemente caldearse por vapor a presión.
80. La mezcla de ácido acético y agua, preferiblemente en estado de vapor, se introduce en la columna 1 en un punto intermedio de la misma, por un tubo 3, y el disolvente de extracción, de acuerdo con este invento, se introduce simultáneamente cerca de la parte superior de la columna 1, por medio de un tubo 4. Se aplica calor a la caldera 2, y el vapor desprendido de la columna 1 se hace pasar, por un tubo 5, a un condensador 6, desde el cual puede retirarse el condensado, como se desée, por un tubo de escape 7. Al mismo tiempo, la mezcla de ácido acético y del disolvente de extracción se reúne en la caldera 2 y, por medio de un tubo 8, se hace pasar a una segunda columna destilatoria 9 calentada por una caldera 10, y en la que se separa por destilación ácido acético junto con un poco de agua, y el vapor, por medio de un tubo 11 pasa a un condensador 12 desde el cual, por un tubo 13, el condensado puede dirigirse a un receptor 15 para su nuevo empleo. Con preferencia, la columna 9 funciona a presión reducida mediante el empleo de una bomba de vacío 14.
- 95.
100. Los ejemplos siguientes, en los que se utilizó un aparato tal como el representado en el dibujo, aclaran el procedimiento a que este invento se refiere; las partes y porcentajes son ponderales.

EJEMPLO 1.

105. Por el tubo 3 se introdujo en la columna 1 una solución

201799

- 5 -



110. acuosa al 10% de ácido acético ; la temperatura de la caldera 2 era de 120° C. y la de la columna 1, en su parte superior de 100° C. Por el tubo 4 se introdujo en la columna 1 una mezcla de 99,5% de diacetato de diglicol y 0,5% de ácido acético, en la relación de 1 parte por cada parte de ácido acético acuoso. En estas condiciones, se hizo pasar, por el tubo 8, al interior de la segunda columna 9, una mezcla de 99,8% de agua y 0,2% de ácido acético, recogida en el condensador 6, y una mezcla de 9,2% de ácido acético
115. 1,4% de agua y 89,4% de diacetato de diglicol. La caldera 10 se calentó a una temperatura de 160° C. y la temperatura en la parte superior de la columna 9 era de 35° C.; en la columna 9 se conservó la presión de 25 mm. de mercurio con auxilio de la bomba de vacío 14. En estas condiciones,
120. en el condensador 12 se condensó una mezcla de 87% de ácido acético y 13% de agua, y en la caldera 10 se recogió una mezcla de 99,5% de diacetato de diglicol y 0,5% de ácido acético/^{que}, por el tubo 4, se devolvió a la columna 1 como antes se ha indicado.

125. EJEMPLOS 2 a 6.

El procedimiento descrito en el Ejemplo 1 se repitió con análogos resultados, empleando los demás disolventes de extracción de acuerdo con este invento, como sigue:

EJEMPLO 2.

130. Empleando acetato de metoxi diglicol, la temperatura de la caldera 2 era de 125° C. y la de la caldera 10, de 208° C.; la caldera 10 estaba a la presión atmosférica.

EJEMPLO 3.

135. Utilizando acetato de etoxi triglicol, la temperatura de la caldera 2 era de 150° C., y la de la caldera 10, que

201799 - 6 -



se hallaba a la presión atmosférica, era de 260°C.

EJEMPLO 4.

140. Usando acetato de metoxi triglicol, la temperatura de la caldera 2 era de 135°C., y la de la caldera 10 que se encontraba a la presión atmosférica, de 244°C.

EJEMPLO 5.

145. Empleando dimetoxi triglicol, la temperatura de la caldera 2, se conservó a 150°C. con la caldera 10 a 220°C. y a la presión atmosférica, o a 168°C., y 150 mm. de mercurio (presión absoluta).

EJEMPLO 6.

Utilizando dimetoxi diglicol, la temperatura de la caldera 2 se conservó a 110°C. con la caldera 10 a 161°C. y a la presión atmosférica.

150.

N O T A

155. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 9 de febrero de 1951, nº 3178/51, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Perfeccionamientos en la recuperación del ácido acético de sus disoluciones acuosas"; caracterizándose por lo siguiente:

165. 1º.= Perfeccionamientos en la recuperación del ácido



- acético de sus disoluciones acuosas, caracterizándose por comprender el añadir a la solución como disolvente de extracción acetato de metoxi triglicol; diacetato de diglicol; acetato de metoxi diglicol; acetato de etoxi triglicol;
170. dimetoxi triglicol, o dimetoxi diglicol; el separar de la mezcla, por destilación fraccionada, prácticamente toda el agua presente, y el recuperar luego el ácido acético de la mezcla resultante de ácido acético y de disolvente de extracción.
175. 2º.= Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizados porque la relación molecular del disolvente de extracción al agua presente en la solución acuosa de ácido acético es del orden de 1 a 5 : 1.
180. 3º.= Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 1ª o 2ª, caracterizados porque el ácido acético se recupera por destilación fraccionada.
- 4º.= Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizados porque la destilación fraccionada se realiza a presión reducida.
185. 5º.= Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 3ª, o 4ª, caracterizados porque la solución acuosa de ácido acético y el disolvente de extracción se introducen en una columna de fraccionamiento, en la que se separa por destilación, prácticamente toda el agua; se extrae la mezcla residual de ácido acético y disolvente de extracción, y se hace pasar a una segunda columna de fraccionamiento en la que, por destilación, se separa el ácido acético, y el disolvente de extracción que queda
190. como residuo, se devuelve a la primera columna de fraccio-
- 195.

201799

- 8 -



namiento.

200. 62.- Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizados por aplicarse prácticamente tal como se ha descrito en cualquiera de los Ejemplos anteriores.

72.- Perfeccionamientos en la recuperación del ácido acético de sus disoluciones acuosas; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en el dibujo adjunto.

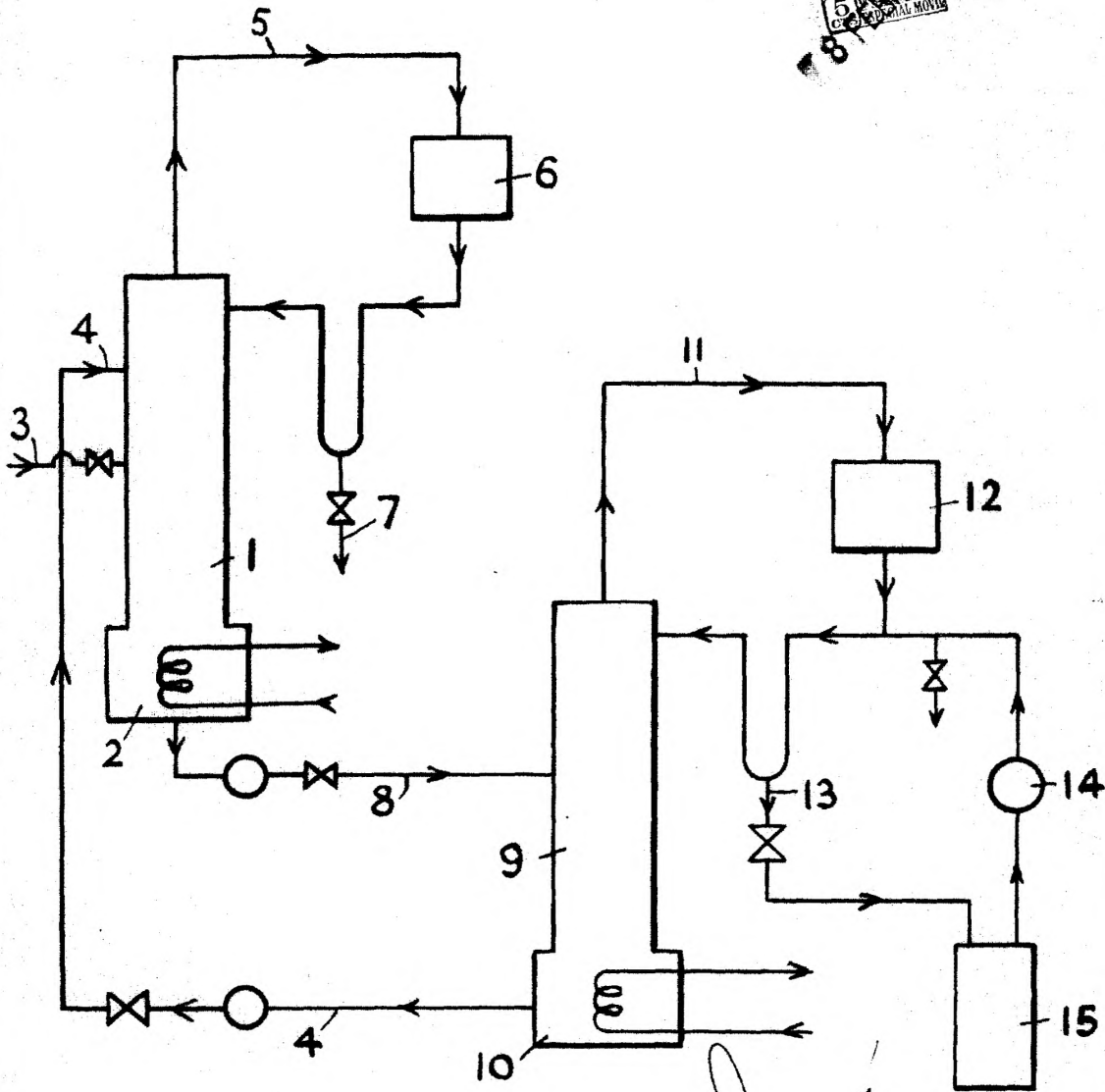
205. Esta memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 8 FEB. 1952

COURTAULDS, LIMITED.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODET

201799



Madrid, 8 FEB. 1952

~~Ing. de J. GOMEZ ACEBO y MODESTO~~