

P - 10.413.-

M/Ss

205733

10 OCT. 1952

205733



1952

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de BRISTOL & WEST TAR DISTILLERS LIMITED, entidad británica, establecida en St. Philips, Bristol, Inglaterra, por:

" UN METODO DE OBTENER COMPUESTOS CRISTALIZADOS PURIFICADOS A PARTIR DE DESTILADOS DE ALQUITRAN "

Este invento se refiere a la purificación de materiales cristalizables brutos en los destilados de alquitranes, y particularmente se refiere a la purificación de naftalina bruta, antraceno bruto, fenantreno bruto y carbazol bruto y otros cuerpos cristalizados presentes en los destilados de alquitrán.

5



205733

La práctica común en la separación de naftalina (y otros compuestos cristalizados) de destilados de alquitrán mineral es enfriando el destilado con la ~~sub-~~siguiente cristalización de la naftalina, seguida por la separación de la porción líquida u oleosa del destilado por escurrido. Los cristales así obtenidos pueden contener tanto como 35% de aceites mezclados con los cristales y puede realizarse otra separación los las prácticas comunes de filtración, centrifugación o prensado en caliente, o por una combinación de estas medidas. Por ejemplo, los cristales de naftalina cruda, después de escurrir los aceites por gravedad en la medida de lo posible, pueden tener un contenido en aceite de 30% y un punto de fusión de 62^o C., mientras que después de centrifugación, el punto de fusión puede subir a 74 - 76^o C., y el contenido de aceite puede descender a 7 - 10%. El prensado en caliente por prensas hidráulicas a presiones de hasta 315 kgs./cm², da entonces un aumento ulterior en el punto de fusión a 78 - 79^o C., con una disminución en el contenido de aceite a 3 - 4%.

Para obtener naftalina con un punto de fusión mayor de 79,6^o C. es necesario entonces someter el material a tratamientos ulteriores, tales como sublimación o destilación fraccionada. Para ciertos casos en que la forma de cristalización de la naftalina es particularmente favorable, es posible obtener un material centrifugado con un punto de fusión adecuado para la sublimación directa o para la destilación fraccionada, pero la cantidad de naftalina bruta de esta calidad normalmente obtenida es pequeña en comparación



205733

con la cantidad total.

También se ha propuesto ya anteriormente mezclar el destilado fundido caliente con un disolvente y enfriar la mezcla para efectuar la cristalización.

5 El objeto de este invento es el de crear un procedimiento mejorado para la purificación de todos los cristales brutos derivados de alquitranes, cualquiera que sea su contenido en aceite y su punto de fusión, sin recurrir a procedimientos costosos y laboriosos tales como cen-
10 trifugación y prensado en caliente, para obtener materiales que tengan puntos de fusión tan cercanos como sea posible a los productos químicos puros que se desea recuperar.

Este objeto se consigue, de acuerdo con el
15 invento, enfriando el destilado para efectuar la cristali- zación y, después de escurrir por gravedad el aceite que sobrenada, lavando los cristales con metanol o alcohol etí- lico (posiblemente acuosos en la medida del 10%) o con
20 alcohol desnaturalizado industrial o con cualquier disolven- te o combinación de disolventes en los cuales sean relati- vamente insolubles los cristales, mientras que los aceites son relativamente solubles, escurriendo el disolvente por gravedad y eliminando el disolvente adherido de los crista- les purificados por evaporación libre o por calentamiento. La cantidad de disolvente requerida, depende en gran medida
25 de la calidad de los cristales brutos y de la forma del re- cipiente o columna en que se realiza el lavado. La cantidad de disolvente que queda adherido a los cristales varía se- gún el tamaño y la estructura de cristalización, pero el



205733

5 disolvente adherido puede recuperarse en una fase posterior por fusión y calentamiento a una temperatura adecuada para la recuperación completa del disolvente o como preliminar en una destilación fraccionada final. El disolvente se recupera por destilación del líquido que es escurrido por gravedad de los cristales purificados, y las impurezas disueltas y algunos sólidos, que quedan como residuo, son devueltos en forma de líquido caliente a los recipientes de cristalización inicial.

10 Los ejemplos siguientes ilustran como puede ponerse en práctica el invento:

E J E M P L O 1.

15 250 grs. de cristales brutos de naftalina se obtuvieron por cristalización de naftalina bruta por enfriamiento y escurrido por gravedad del aceite que sobrenadaba. Los cristales que tenían un punto de fusión de 58° C. y un contenido en aceite de 37%, se dispusieron en
 20 una columna de vidrio de 45 cms. de longitud y 32 mms. de diámetro con una tela metálica en su extremidad inferior para mantener los cristales, y luego se vertieron lentamente 250 c.c. (200 grs.) de metanol en la parte superior de la columna que se mantuvo vertical. El disolvente
 25 pasó por la columna en unos 2 minutos y se dejó escurrir durante 10 minutos. El color de la masa cristaliza cambió desde pardo oscuro a blanco y, después de vaciar la columna y extender los cristales para permitir que se evaporara el metanol adherido, los cristales tenían un punto de fusión de 78,5° C., y la naftalina fundida era transparente.



205733

Rendimiento, 150 grs.

E J E M P L O 2.

5 11,33 kgs. de cristales de naftalina bruta
se obtuvieron por cristalización de naftalina bruta por en-
friamiento y escurrido por gravedad del aceite que sobrena-
daba. Los cristales, con un punto de fusión de 62° C. y
un contenido en aceite de 30%, se dispusieron en un tubo
10 de acero de 1.20 metros de longitud y 127 mm. de diámetro,
que tenía una tela metálica a 150 mm. desde la extremidad
inferior que estaba cerrada con una placa ciega y provista
de una válvula con rines de escurrido. 7,25 kgs. de meta-
15 nol, que había sido usado para un lavado anterior, se in-
trodujeron luego hasta que el nivel del líquido estaba a
unos cuantos centímetros por encima del nivel de los crista-
les sólidos. La válvula se abrió entonces y el disolvente
se escurrió durante 15 minutos. Se añadieron entonces 7,25
kgs. de metanol nuevo en una forma similar y se escurrieron
20 de nuevo, y el aparato se dejó escurrir durante otras 12
horas. El rendimiento total de naftalina después de la re-
cuperación del metanol desde los cristales por destilación
fue de 7,50 kgs. con un punto de fusión de 78,8° C. y color
transparente cuando se fundió.

E J E M P L O 3.

13,60 kgs. de destilado de alquitrán mineral
que contenía naftalina se dejaron cristalizar lentamente
en un recipiente, con un tapón de vaciado en la base. Cuan-
do estuvo frío, el tapón de vaciado de la base se quitó y

10



205733

los aceites se dejaron escurrir durante 24 horas. El peso del aceite escurrido fué de 5 kgs. Se puro el tapón de nuevo y se le añadió al recipiente metanol que se había usado para un lavado anterior, de modo que quedaran cubiertos los cristales. El peso de metanol empleado fué de 3,65 kgs. Después de reposar durante una hora el metanol se escurrió del recipiente y se añadió otra carga de 3,65 kgs. de metanol nuevo, que se escurrió y los cristales se dejaron escurrir aún durante 12 horas, después de fundir y expulsar por destilación el metanol, la nartalina tenía un punto de fusión de 78° C.

E J E M P L O 4.

453 kgs. de destilado de alquitrán mineral con una gama de ebullición de 200-240° C. y derivado de una mezcla de alquitranes brutos de rétorta vertical y horizontal, y con un punto de cristalización de 45° C., se cargaron en una columna vertical y se dejaron enfriar lentamente. Cuando la temperatura hubo descendido a 25° C., se abrió una válvula de vaciado en la base de la columna vertical y la parte líquida del destilado se dejó escurrir por gravedad del recipiente. Los cristales que quedaban en el recipiente tenían la forma de un nido de abejas, y cuando estuvieron completamente escurridos, se añadieron al recipiente 173,25 litros de metanol que se había usado previamente y tenía un contenido en aceite de 10%, y después de dos horas de reposo se escurrieron de nuevo y se



205733

hicieron pasar a un alambique de recuperación del metanol; el contenido en aceite de este material alcanzó entonces el 19%. Se añadieron luego otros 173,25 litros de metanol nuevo, y al escurrir, el contenido en aceite resultó ser del 9%; este material se guardó para usarlo como lavado inicial para una carga siguiente. Los cristales de naftalina que quedaban se fundieron entonces por medio de un serpentín de vapor en el recipiente y el metanol que quedó adherido a los cristales se expulsó por destilación y se recuperó antes de someter la naftalina purificada a sublimación. El punto de fusión antes de la sublimación fué de 78,3° C. y después de la sublimación, fué de 79,8° C. El rendimiento en naftalina sublimada fué de 150 kgs.

Aunque los ejemplos que anteceden se refieren a la refinación de naftalina, el método del invento no queda restringido a ello, sino que puede usarse para refinar cualesquiera derivados cristalizables desde destilados de alquitrán. También el metanol usado en los ejemplos anteriores puede ser sustituido por una cantidad similar de alcohol etílico o alcohol desnaturalizado o una solución acuosa de los mismos, o por cualquier otro disolvente en el cual el derivado de alquitrán sea relativamente insoluble al paso que son relativamente solubles las impurezas oleosas.

La ventaja del procedimiento descrito reside en la sencillez del equipo requerido, en comparación con los métodos usuales de filtración, centrifugación y/o prensado en caliente con prensas hidráulicas; todo el procedi-



205733

miento puede realizarse virtualmente en un recipiente y supone gastos de mano de obra muy bajos. Además, puede emplearse una instalación totalmente cerrada, siendo despreciables las pérdidas o el consumo de metanol.

5

Además, el procedimiento tiene la ventaja, en comparación con el proceso en el cual el destilado fundido caliente es disuelto en un disolvente y sustancialmente cristalizado, seguido por la separación del disolvente y del aceite de los cristales, que la mayor parte del aceite es separado de los cristales antes de que el disolvente sea añadido, de manera que el disolvente extrae meramente la pequeña cantidad de aceite que se adhiere a los cristales. Por consiguiente, el disolvente no se contamina tanto con aceite y su recuperación es facilitada. Otra ventaja es que se obtienen cristales grandes y más puros por el procedimiento del invento, en comparación con los de otros procedimientos conocidos.

10

15

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

20



100

205733

5
10
12.- Un método de obtener compuestos cristalizados purificados a partir de destilados de alquitrán, según el cual los destilados son enfriados y cristalizados y, después de escurrir por gravedad el aceite que sobrenada, los cristales son lavados con un disolvente en el cual los cristales son relativamente insolubles y el aceite es relativamente soluble y, después de escurrir por gravedad el disolvente que contiene las impurezas, el disolvente adherido es eliminado de los cristales purificados por evaporación libre o por calentamiento.

15
20
22.- Un método de obtener naftalina cristalizada purificada, a partir de un destilado de alquitrán, que comprende enfriar el destilado para cristalizar la naftalina, escurrir por gravedad el aceite que sobrenada, lavar la naftalina bruta con un disolvente en el cual sea relativamente insoluble y la parte oleosa del destilado de alquitrán del cual se obtiene, sea relativamente soluble y, después de escurrir por gravedad el disolvente que contiene las impurezas, eliminar el disolvente adherido de la naftalina por evaporación libre o por calentamiento.

25
32.- Un método según se reivindica en los puntos 12 ó 22,, en el cual el disolvente empleado es metanol, alcohol etílico, alcohol desnaturalizado industrial o una mezcla o solución acuosa de uno o más de dichos disolventes.

42.- Un método de obtener compuestos cristalizados purificados a partir de destilados de alquitrán.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que



205733

antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de nueve hojas y la presente escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 10 OCT. 1952

P. A.

Alberto de Elzaburo

Por Poder,

Amatador de la byja