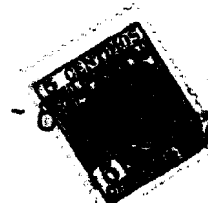


234121
PATENTE DE INVENCION
=====

Ref.2386
=====



234121

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la separación de mezclas de líquidos"

=====

SOLICITANTES: CASELLA FARBWERKE MAINKUR Aktiengesellschaft,
entidad alemana, domiciliada en FRANKFURT/MAIN -
FECHENHEIM, ALEMANIA.

=====

Como es sabido, las mezclas de sustancias con punto de ebullición muy poco diferentes, por ejemplo, mezclas de hidrocarburos homologos o mezclas isotópicas o mezclas aceotrópicas no se pueden, o se hace con mucha dificultad, separar por destilación de sustancias de diferentes propiedades, químicas.

5. Se ha descubierto que tales mezclas de líquidos se pueden separar en forma sencilla mediante la vaporización parcial o condensación parcial, o por una combinación de ambos procedimientos, si estas operaciones se

10.



efectúan en presencia de capas de aquellos materiales sólidos de gran superficie, cuyas bandas en el espectro infra-rojo solamente se cruzan con las bandas en el espectro infra-rojo de uno solo de los componentes de la mezcla de líquidos.

5.

Por la presencia de un cuerpo sólido de esta clase se mantiene aquél componente de la mezcla de líquidos, que posee las bandas en el espectro infra-rojo que se cruzan con las del cuerpo sólido, independientemente de los puntos de ebullición, durante mayor tiempo en estado de vapor, es decir, durante la operación de vaporizado se vaporiza una mayor cantidad y durante la operación de condensación se condensa una cantidad menor que como sería el caso sin la presencia del cuerpo sólido.

10.

15.

Especialmente ventajoso resulta efectuar tanto la vaporización parcial como también la condensación parcial en presencia de cuerpos sólidos adecuados. Con este objeto se conduce la mezcla de líquidos por encima de capas de gran superficie de un cuerpo sólido tal, cuyas bandas en el espectro infrarrojo se cruzan con las

20.

del componente del líquido que se desee separar, vaporizándose la mezcla de líquido parcialmente (y esto con una gran participación del componente que se ha de separar); a continuación se conduce la parte vaporizada sobre capas de gran superficie de otro cuerpo sólido cuyas bandas en el espectro infrarrojo se cruzan con el otro componente (el que no se ha de separar) del líquido, condensándose así el componente que se ha de separar en una parte relativamente elevada.

25.

30.

El transporte de los vapores de líquido se



puede efectuar tambien con ayuda de un gas portador químicamente inerte.

EJEMPLO 1 -

- Una corriente de 10 cm³/minuto de agua de 18° C. es decir una mezcla de unas 7000 partes de H₂O (bandas de oscilación 1550-1700 cm⁻¹ (max.1596 cm⁻¹ + 1650 cm⁻¹) y 3700 - 3800 cm⁻¹(max.3756 cm⁻¹) y 1 parte D₂O (Bandas de oscilación 1150-1250 cm⁻¹ (max.1180 cm⁻¹ + 1220 cm⁻¹) y 2500-2800 cm⁻¹ (max.2512 cm⁻¹ + 2784 cm⁻¹)) se conducen desde un tubo (A del dibujo) de 0,3 cm Ø a través de una fritada de cristal de Jena G₃ (E en el dibujo) que posee las siguientes bandas de oscilación: 1000-1200 cm⁻¹ (max. 1050 cm⁻¹) de 1 cm. de espesor y 6,5 cm. de diámetro a una temperatura de 20° C. Simultáneamente se introduce desde el tubo B 2,1 l./min. de aire de 12 % de humedad relativa y 20° C. El líquido no vaporizado se extrae por D. La mezcla de vapor-aire sale por C.
- Al enfriar la mezcla de vapor-aire que sale por C se obtiene un condensado con un contenido de óxido deuterio de 1,1 % en peso.
- Con objeto de emplear tambien durante la condensación el principio de la presente invención se conduce la mezcla de vapor-aire que sale de C, desde abajo, en un tubo de metal G de 2 cm Ø y 30 cm. de longitud que está lleno con granulado de basalto de 0,1 - 1,0 mm. Ø (bandas de oscilación 950-1150 cm⁻¹ y 3000-5000 cm⁻¹) y es calentado por un envolvente calentador H a 95°. La mezcla de vapor-aire que sale por F contiene durante los primeros 100 minutos de marcha prácticamente solo H₂O.



El agua que se ha precipitado sobre el cuerpo sólido que forma el contenido del tubo contiene todo el D O de la mezcla de vapor introducida. Entonces, a unos 110^o, se introduce un gas químicamente inerte a través del tubo G con lo que vaporiza todo el contenido de mezcla de H₂O-D₂O existente. Estos vapores se condensan fuera del tubo G. El líquido así obtenido se compone de aproximadamente 1/4 de D O.

5.

El contenido de deuterio se determinó según Houben-Weil, Métodos de la química orgánica (1955) Tomo III, 1^a parte, pág. 869 en aproximadamente 4 μ en el espectro infra-rojo.

10.

EJEMPLO 2 -

En una fritada de cristal de Jena de poros grandes se pone una capa de 1 cm. de espesor de arena de cuarzo \sphericalangle bandas de oscilación 1000-1400 cm⁻¹ (máx. unos 1250 cm⁻¹) y 2400-2800 cm⁻¹. A través de esta capa se conducen a 70^o varias veces una detrás de la otra 200 cm³/minuto de agua y 2,1 l./minuto de aire, después nuevamente varias veces, una detrás de la otra, 50 cm³/minuto de agua y 2,1 l./min. de aire. Se obtiene con una cantidad total de carga de 2000 cm³ con un contenido de óxido de deuterio de 0,28 g. de la mezcla de vapor (en C) 5,1 cm³ de condensado con un contenido en óxido de deuterio de 5 % = 0,25 g. El rendimiento es por lo tanto $\frac{0,25}{0,28} = 90\%$ del óxido de deuterio existente.

15.

20.

25.

Se obtienen de esta manera factores de enriquecimiento en la primera etapa de más de 350 que ,por lo tanto, se encuentran en más de una potencia de diez sobre los factores hasta ahora conseguidos.

30.



EJEMPLO 3 -

234121

- En los mismos aparatos empleados en el ejemplo 2 se conducen en presencia de una capa de arena de cuarzo de 1 cm. \sphericalangle bandas de oscilación 1000-1400 y 2400-2800 cm^{-1} 5. 30 cm^3 de mezcla de dioxano-agua de la composición aceotrópica de 80% de dioxano \sphericalangle bandas de oscilación 1050-1150 cm^{-1} (máx. 1120 cm^{-1}) y 1250-1300 cm^{-1} (máx. 1260 cm^{-1}) 7 y 20% de agua (bandas de oscilación 1550-1700 cm^{-1} (máx. 1596-1650) cm^{-1}) y 3700-3800 cm^{-1} (máx. 3756 cm^{-1})) a 10. 60° C. y 2,1 l./min. de nitrógeno de 45° C. y a continuación para la condensación de la parte de líquido vaporizada durante los primeros 0-30 segundos en un 1^{er} refrigerador y durante los siguientes 30-150 seg. en un 2^o refrigerador. Todo el proceso se puede repetir varias veces.
15. De las fracciones de líquido, de la mezcla inicial y del paso se determinan los índices de fracción. De ello se obtiene la proporción de mezcla de acuerdo con la siguiente Tabla:

	cm^3	n_D^{20}	% dioxano	% agua
20. Agua		1,3329	0	100
Dioxano		1,4223	100	0
Mezcla aceotrópica	30	1,4082	80	20
Contenido refrigerador 0-30 seg.	3	1,4109	83,9	16,1
25. Contenido refrigerador 30-150 seg.	6,5	1,4089	81,0	19,0
Paso	ca.15	1,4069	78,6	21,4

30. Antes de efectuar las mediciones se calientan las pruebas hasta hervir con objeto de descartar gases disueltos.

234121

De esta manera está demostrada la descomposición de mezclas aceotrópicas según este procedimiento. En el paso se ha enriquecido el agua en aproximadamente 7% referido a la parte de agua original, mientras tanto la parte de dioxano ha aumentado en el primer refrigerador en aproximadamente 5 % referido a la parte de dioxano original.

N O T A

10. 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 solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 9 de marzo de 1956 n.º C 12683 IVc/12a, 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: "Procedimiento para la separación de mezclas de líquidos"; caracterizándose por lo siguiente:

1.º.- Procedimiento para la separación de mezclas de líquidos, caracterizándose porque la mezcla de líquidos a separar se separa por vaporización parcial o condensación parcial o por una combinación de ambos procedimientos en presencia de capas de aquellos cuerpos sólidos de superficie grande cuyas bandas en el espectro infra-rojo se corten con las bandas en el espectro infra-rojo de solo uno de los componentes de la mezcla de líquidos.



2º.- Procedimiento para la separación de mezclas de líquidos isotópicos o aceotrópicos, caracterizándose porque la mezcla de líquidos se conduce a través de capas de grandes superficies de aquellos cuerpos sólidos, cuyas

5. bandas en el espectro infra-rojo se corten con aquellas del primer componente (que se ha de separar) de la mezcla de líquidos, donde se evapora parcialmente y los vapores de líquidos así obtenidos se conducen a través de

10. capas de gran superficie de un segundo cuerpo sólido cuyas bandas en el espectro infra-rojo se cortan con las del segundo componente, donde se condensa el primer componente.

3º.- Procedimiento, según reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizándose porque el transporte de los vapores de líquido se efectúa mediante un gas portador químicamente

15. inerte.

4º.- Procedimiento para la separación de mezclas de líquidos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

20. Esta memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 8 MAR, 1957

CASELLA FARBWERKE MAINKUR
Aktiengesellschaft.

J. GOMEZ ACEBO / MODELO
P.P