



254320

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a una solicitud de patente de invención por veinte años, para España y sus Posesiones, por PROCEDIMIENTO CON SU INSTALACION PARA LA SEPARACION DE ACEITES NEUTROS DE LAS LEJIAS DE FENOLATOS QUE LOS CONTIENEN, a favor de la firma VEB LEUNA WERKE "WALTER ULBRICHT", de nacionalidad alemana, residente en LEUNA, Kreis Merseburg, Alemania Oriental.

5 En el curso de la obtención de fenoles a partir de aceites conteniendo fenoles tales como por ejemplo la fracción llamada "aceite carbólico" del alquitrán de hulla, a partir de ciertas fracciones de esencias medias y ligeras extraídas por destilación de la hulla y de lignitos, igualmente que de fracciones extraídas de aceites obtenidos por hidrogenación de alquitranes y de carbones bajo alta presión, al modo de las lejías alcalinas y más especialmente de lejías de sosa cáustica, se obtienen lejías fenolatadas
10 las cuales casi siempre contienen proporciones mayores o menores de aceites no fenolados. Estos últimos agrupados bajo la denominación genérica de "aceites neutros" deben ser se-

254320

19



15

20

25

30

35

40

parados siempre que sea posible de la masa, antes de que se proceda al tratamiento ulterior que conduce a la obtención de productos comerciales tales como el ácido carbónico, el cresol, el xyienol, a fin de obtener estos últimos según las normas habituales. Por regla general se procede a la extracción de estos aceites neutros de lejías fenoladas agotamiento por ebullición o por un tratamiento por vapor de agua. Este procedimiento se designa por "clarificación de la lejía fenolada por vapor de agua". Esta operación de clarificación por vapor de agua se efectúa preferentemente en continuo, por ejemplo tratanto la lejía fenolada chorroando a través de una columna vertical guarnecida de elementos de relleno, por vapor de agua que llega a contracorriente a una temperatura superior a la normal. Dado que los fenolatos alcalinos sufren una disociación hidrolítica, el vapor de agua arrastra fuera de los aceites neutros una cierta proporción de fenoles. La condensación de los vapores separados en el aparato de clarificación por vapor de agua produce así un aceite neutro más o menos cargado de fenoles así como agua conteniendo en disolución una cierta cantidad de fenoles. La cantidad de fenoles así escapada de la masa, es así perdida. Si se intenta evitar esta clase de pérdidas sería necesario que estos productos fueran vueltos a enviar a instalaciones especiales de fenolado para recuperar el fenol lo que es a la vez complicado y costoso.

Resumiendo lo que antecede existe un problema técnico consistente en evitar la pérdida en fenoles que se produce cuando se aplica a las lejías fenoladas el tratamiento usual de clarificación por vapor de agua, o por lo menos a disminuir tales pérdidas. Tal necesidad se deja sentir en forma particularmente aguda cuando la clarificación por va-

254320

19



45

por de agua de las lejías fenolatas sobresaturadas ha de realizarse ya que en tales casos las pérdidas de fenoles se presentan muy considerables y prácticamente inadmisibles.

50

A pesar de ello el procedimiento de clarificación por el vapor está lejos de dar satisfacción aún con lejías fenolatas no sobresaturadas o con lejías de débil concentración, no tanto en razón a las pérdidas en fenoles (éstas son efectivamente menores) sino en razón de la formación de condensados fenolados que no se pueden utilizar y que no se pueden separar como aguas residuales más que después de haberlas desfenolado, lo cual es complicado y costoso.

55

Quando la clarificación por vapor de agua lleva sobre las lejías fenolatas constituyendo soluciones alcalinas en las que los fenoles presentes forman combinaciones químicas perfectas con el álcali, las pérdidas en fenoles resultantes de la aplicación del procedimiento de clarificación por vapor de agua resultan relativamente débiles. Cuando por el contrario se trata de lejías fenolatas sobresaturadas, las pérdidas en fenoles resultan muy sensibles.

60

65

Por "lejías fenolatas saturadas" se entienden las soluciones de fenolatos en las cuales el equivalente en fenoles presentes excede al equivalente en álcali presente. Existe un interés evidente en obtener fenoles tratando las lejías fenolatas sobresaturadas dado que por una cantidad dada de álcali se pueden entonces tratar más fenoles recuperables que en el caso de las lejías no saturadas o a penas saturadas. Cuando las lejías fenolatas tienen una sobresaturación del orden de 120 a 140 %, es una fracción de alrededor del 10% de la totalidad de los fenoles presentes que en el momento de la clarificación por vapor de agua se encuentra arrastrada al mismo tiempo que los aceites neutros.

70

254320

-4-

190



75 Cuando se opera con lejías fenolatas aún más saturadas es-
ta cantidad del 10% se sobrepasa. En los casos de este géne-
ro el procedimiento de clarificación por vapor de agua de-
ja de ser económico.

80 Esta es la razón por la cual se ha propuesto operar
la extracción de los aceites neutros de lejías fenolatas
sobresaturadas no por clarificación mediante vapor de agua
sino por una extracción de disolventes selectivos por ejem-
plo por medio de una esencia ligera de tipo parafínico. Sin
embargo, esta proposición no se ha realizado hasta el día
85 por la razón de que esta forma de extracción no se ha mos-
trado suficientemente selectiva y también porque la recupe-
ración del disolvente que se emplea es complicada, costosa
y lleva consigo pérdidas sensibles y además cantidades apre-
ciables de los disolventes selectivos son disueltas por la
90 lejía fenolada.

La presente invención se refiere a un procedimiento
para la disminución de las pérdidas en fenoles en el curso
de la extracción de aceite neutro de las lejías de fenola-
tos que los contienen, recurriéndose a una clarificación
95 por vapor de agua, procedimiento caracterizado porque los
vapores salidos del tratamiento de clarificación son lava-
dos por una solución de un hidróxido alcalino, procedimien-
to que permite disminuir las pérdidas en fenoles sin necesi-
dad de un dispositivo ni de una operación especial de fes-
100 fenolado. Es interesante utilizar una lejía de sosa cáusti-
ca caliente, ésta trasiega los fenoles directamente de los
vapores si bien los condensados obtenidos son prácticamente
exentos de fenoles. La lejía alcalina que ha servido para
este lavado puede ser adicionada a la lejía fenolada obte-
110 nida por el tratamiento por vapor de agua, y el conjunto so-



254320

115 puede ser ventajoso hacer servir varias veces seguidas la lejía de lavado y haría volver a pasar en el ciclo de lavado totalmente o en parte. Igualmente es posible utilizar la lejía de lavado que haya servido ya para la extracción de los fenoles de los aceites fenolados en lugar de utilizar una lejía fresca de sosa cáustica.

120 Se puede preveer un aparato de lavado montado a la manera de un frasco lavador. Sin embargo es preferible proceder al lavado de los vapores en una torre de lavado, por ejemplo en una columna de chorro provista de anillos tipo Raschig, columna en la cual la cabeza recoge la lejía de lavado, que va al encuentro de los vapores que suben de abajo hacia arriba. Operando así se obtiene un desfenolado muy cargado de vapores al mismo tiempo que una saturación muy elevada en fenoles de la lejía de lavado. La torre de lavado puede ser intercalada a continuación del aparato de clarificación por vapor de manera que se haga entrar por la parte baja de dicha torre los vapores provenientes de la instalación de clarificación. Cuando se utiliza como aparato de clarificación por vapor de agua una torre que funcione a manera de columna, se realiza, conforme a la invención, un lavado de vapores en condiciones particularmente ventajosas en la torre de clarificación por vapor propiamente dicha lo que permite obtener una gran simplificación en el conjunto del aparato operatorio.

135 . A este efecto la invención concierne a una instalación para la realización de los procedimientos precedentes o de procedimientos similares, caracterizado por la existencia de una columna de dos compartimientos que representan, el compartimiento inferior la zona de clarificación por vapor de agua, y el compartimiento superior la zona de lavado.

115

120

125

130

135

140

254320



Una realización de esta instalación se representa a título de ejemplo en los dibujos adjuntos.

145

En esta forma de realización se ha escogido una zona de lavado especial como se muestra en el dibujo. La torre de clarificación por vapor de agua lleva dos compartimientos los dos cargados de elementos de relleno que representan

150

el compartimiento superior (1), la zona de lavado, y el compartimiento inferior (2), la zona de clarificación por vapor de agua. La lejía de sosa cáustica es introducida en la cabeza de la torre de clarificación por vapor de agua mientras que la lejía fenolada es introducida en el espacio que queda libre entre los dos compartimientos. La lejía de sosa

155

cáustica que chorrea entre los elementos de relleno de la zona de lavado se transforma en lejía fenolada bajo la acción de los fenoles desprendidos conjuntamente con los vapores de aceites neutros para venir a unirse a la lejía fenolada introducida de arriba a abajo. La lejía fenolada

160

clarificada por el vapor de agua va a un alambique montado en la base de la torre para ser trasegada en continuo. De la cabeza de la columna sale por el tubo de vapores (3)

165

una mezcla de vapores oleaginosos y un vapor de agua que se recoge en forma líquida en el condensador (4). El condensado líquido va a la cubeta (5) de recepción en la cual se produce una separación en dos lechos o capas; la capa superior oleaginosa sobre-puesta a la capa acuosa.

170

El vapor de agua necesario para la clarificación se inyecta bajo el compartimiento inferior que contiene elementos de relleno. Se puede señalar incidentalmente que se puede asegurar la producción de vapor de agua llevando a la ebullición (por medio no mostrado en el dibujo) la lejía fenolada que es introducida en el alambique. También es

254320

1906



175 posible renunciar completamente a la insuflación de vapor
de agua y de obtener la totalidad del vapor de agua necesari-
o a partir de la lejía fenolavada. Según este modo de rea-
lización de la invención la lejía de lavado no es recogida
separadamente. La cantidad de lejía de lavado introducida
debe ser dosificada (siempre teniendo en cuenta el grado
180 de saturación de la lejía fenolataua que se trata de clari-
ficar por el vapor de agua) de manera es que no se produz-
ca una disolución desventajosa de la lejía fenolatada.

185 En lugar de una lejía de sosa cáustica se puede utili-
zar igualmente lejías de otros metales alcalinos tales como
soluciones de hidróxido de potasio por ejemplo.

EJEMPLO 1

190 En 400 g. de una lejía de sosa cáustica al 10% (sea
1,0 mole) se disuelven 112,93 g. de ácido carbólico crista-
lizado (sea 1,2 mole) conteniendo como impurezas residuos
de un aceite neutro. La lejía fenolataua así obtenida que
está saturada a 120% se lleva a la ebullición en un balón
destilatorio. Los vapores que se escapan constituidos por
vapor de agua, de fenol, y de aceite neutro son enviados
a un tubo de tipo de 10 bolas conteniendo una lejía de sosa
195 cáustica caliente al 10% y después condensados en un refri-
gerador de tipo Liebig. Después del desprendimiento de al-
rededor de 80 cm³ de agua de la lejía fenolatada se inte-
rrumpe el ensayo. La lejía de lavado en el tubo antes citado
contenía 2,02 g. de ácido carbólico mientras que el destila-
do acuoso no contenía más que 0,02 de dicho ácido.
200

Se unieron entonces la lejía de lavado a la lejía feno-
latada clarificada. La mezcla así obtenida contenía 112.91 g.

254320

-8-



205

210

215

220

de ácido carbónico. Había habido por tanto una pérdida de 0,02 g. de ácido carbónico. En el curso de un ensayo comparativo se agrega aún a la lejía fenolada conteniendo 112,93 g. de ácido carbónico y 400 g. de lejía de sosa cáustica al 10%, una cantidad adicional de 20 g. de lejía de sosa cáustica al 10%. Esta cantidad correspondía exactamente a la cantidad de lejía de lavado en el curso del ensayo precedente. Se recomendó el calentamiento con vista a provocar una nueva vaporización de 80 cm³ de agua. Esta vez sin embargo los vapores no fueron lavados por la sosa cáustica sino enviado directamente a la condensación. En condensado contenía 1,69 g. de ácido carbónico mientras que en la lejía fenolada quedaban 111,24 g. de ácido carbónico. La pérdida de este ácido representaba por lo tanto el 1,50%. Una comparación entre estos dos ensayos demuestra que es más ventajoso proceder a un lavado por una lejía de sosa cáustica en cantidad limitada mejor que mezclar desde el principio la lejía fenolada con esta misma cantidad de lejía de sosa cáustica y proceder a continuación a una clarificación por vapor de agua sin lavado de los vapores.

EJEMPLO II

225

250

Los ensayos relatados en el ejemplo I fueron repetidos sirviéndose de una lejía fenolada obtenida disolviendo 97,32 g. (es decir, 0,9 mole) de un ortocresol que contenía débiles cantidades de aceites neutros, en 400 g. de una lejía de sosa cáustica al 10%. Como lejía de lavado, se utilizaron 20 g de una solución de sosa cáustica al 10%. Después de la evaporación de 80 cm³ de agua, la lejía de lavado contenía 0,52 g de ortocresol, mientras que, en el des-

254320



1905

255 tilado acuoso, apenas podía registrarse presencia de restos
de cresol, ni aún recurriendo a los métodos de análisis más
sensibles. Después de haberse separado pequeñas cantidades
de aceites neutros que se hallaban en suspensión, fué posi-
ble servirse de este condensado como si fuera de agua de
condensación prácticamente pura. No se pudo registrar nin-
guna cantidad medible de cresol. En el curso de un ensayo
comparativo en el que la lejía de fenolato había sido mez-
260 clada previamente a la destilación, con 20 g de una solu-
ción de sosa cáustica al 10% haciendo así disminuir la sa-
turación en fenol de 90 al 85,7%, sin proceder a un lavado
de vapores, se obtuvieron 80 cm³ de condensado que contenía
0,39 g de un ortocresol. La concentración en fenoles, del
265 condensado, ascendió a 4,87 g por litro, correspondiendo a
ésta, una agua residual fuertemente fenolada que debía ser
desembarazada de su fenol.

E J E M P L O III

270 En el momento de una clarificación por vapor de agua,
de una lejía de fenolato, saturada al 113% y que además del
20% de fenoles, contiene igualmente un 0,58% de aceite neu-
tro, se procede a la operación utilizando una columna de ti-
po usual, empleando alrededor de un 25% de vapor de agua. La
lejía fenolada sometida a esta operación de clarificación
275 no contiene más que 0,0% de aceite neutro. En cuanto al con-
densado oleaginoso, contiene entre el 55 y el 60% de fenoles,
mientras que la cantidad de fenoles del condensado acuoso
se sitúa entre 1 á 2%. En total, la cantidad de fenol en el
conjunto de los dos destilados, es alrededor de 6 á 7% de

254320

70-

19D



280

la cantidad total de fenoles traída por la lejía de fenolatos (lejía fenolatada). Al contrario, si se conducen los vapores saliendo de la torre de clarificación, por el vapor de agua, hacia la parte baja de una segunda torre, en la cual chorrea una lluvia caliente de lejía de sosa cáustica al 10%, y se condensan los vapores que salen de esta segunda torre, se obtiene un condensado oleaginoso con menos del 10% de fenoles, mientras que el condensado acuoso no contiene más que alrededor de 0,2% de fenoles. En total, el conjunto de los condensados no tiene más de 0,5% de fenoles introducidos en forma de lejía fenolada.

285

290

E J E M P L O I V

Cuando, en una instalación parecida a la descrita en el ejemplo I, se trata una lejía fenolatada que, junto con un 36% aproximadamente de fenoles, contiene además un 0,58% de un aceite neutro y que es sobresaturada a 175%, se obtiene, sin pasar por la torre de lavado ulterior, un condensado oleaginoso que contiene entre un 65 y un 75% de fenoles, mientras que el condensado acuoso no contiene más que de 2,5 al 3%. La pérdida en fenoles se cifra, entonces, entre el 7 y el 8%. Intercalando una torre de lavado ulterior, se obtiene, por el contrario, un condensado oleaginoso que no tiene más del 5% de fenoles, y un condensado acuoso que no contiene más de un 1% aproximadamente, de fenoles. En este último caso, las pérdidas en fenoles no se cifran en más del 0,15 al 0,3 por ciento.

295

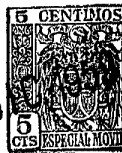
300

305

E J E M P L O V

254320

19D



310

nolatada, saturada aproximadamente a 100% y con un porcentaje del 42% de aceite neutro, da unas pérdidas en fenoles, del 6% en cifras redondas. Una clarificación por vapor de agua, de esta misma lejía, se efectuó seguidamente, a tenor de lo indicado en el dibujo. Por la parte alta de la columna, se introdujo una lejía de sosa cáustica al 8%, correspondiendo en cantidad al 6% del volumen de la lejía fenolada. Las pérdidas de fenoles, en el conjunto de los condensados oleaginosos y acuosos, no llegaron más que alrededor del 1 %.

315

Es evidente que la invención que se describe, no queda limitada a los ejemplos de realización descritos arriba, a partir de los cuales, se pueden prever otros medios y formas de realización sin salir del espíritu de la invención.

320

- - - - -

NOTA - Descrito suficientemente cuanto antecede sólo resta consignar que lo que declara propio y nuevo del solicitante es lo contenido en las siguientes:

325

REIVINDICACIONES:

1 - Procedimiento, con su instalación, para la separación de aceites neutros de las lejías de fenolatos que los contienen, mediante una clarificación por vapor de agua, caracterizado porque los vapores salidos del tratamiento de clarificación, son lavados por una solución de un hidróxido alcalino, procedimiento que permite esencialmente disminuir las pérdidas de fenoles sin precisar una operación especial de desfenolado.

330

2 - Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque los licores de lavado empleados, para la extracción de fenoles de aceites neutros, que los contienen se utilizan de nuevo en el ciclo de las operaciones.

335

254320



340

3 - Procedimiento, según reivindicaciones precedentes caracterizado porque el lavado de los vapores salidos de la operación de clarificación, se efectúa en la misma columna de clarificación.

345

4 - Procedimiento, según reivindicaciones que anteceden, caracterizado porque para llevarlo a la práctica, se ha previsto una columna de dos compartimientos, en los que el compartimiento inferior corresponde a la zona de clarificación por vapor de agua, y el compartimiento superior, a la zona de lavado.

350

5 - PROCEDIMIENTO CON SU INSTALACION, PARA LA SEPARACION DE ACEITES NEUTROS DE LAS LEJIAS DE FENOLATOS QUE LOS CONTIENEN.

- - - - -

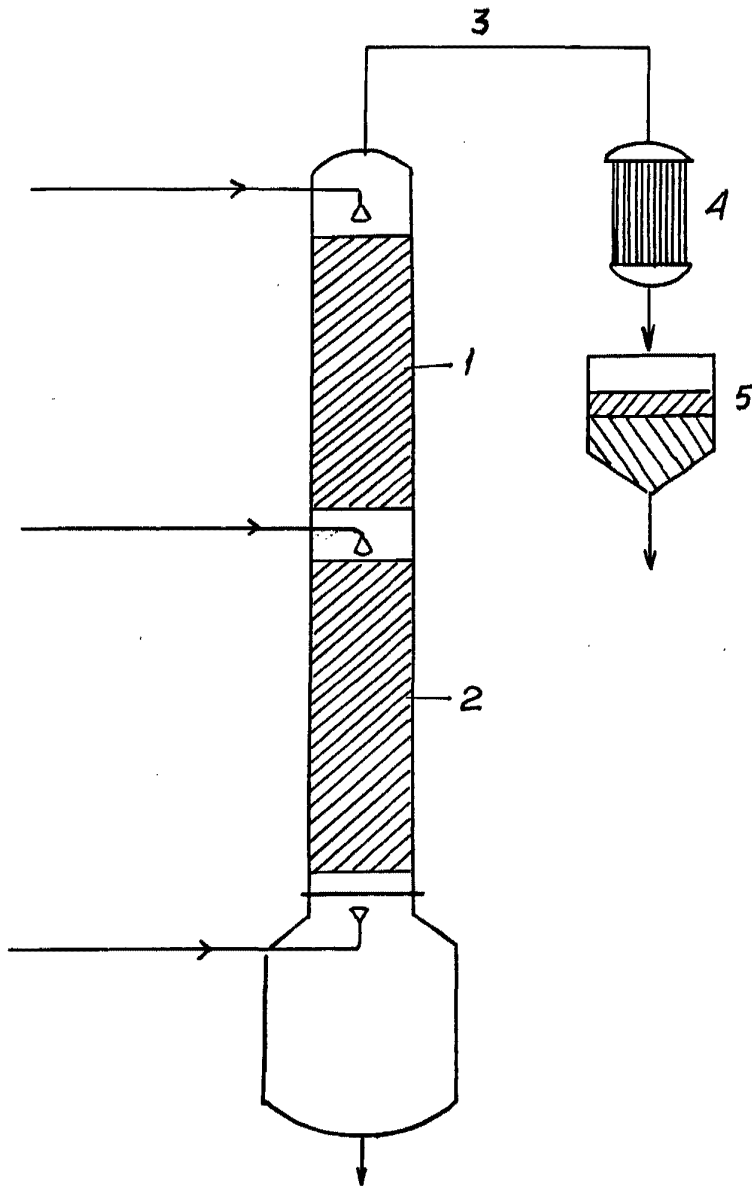
355

Todo según queda descrito en la presente Memoria, que consta de doce hojas foliadas y mecanografiadas por una sóla cara con un total de trescientas cincuenta y cinco líneas.

Madrid, 19 Diciembre 1959

p.a. *C. Barajas*

254320



MADRID 19 Dm^{bre} 1959

Moranyi

ESCALA VARIABLE