

3 85942

memoria descriptiva 385942

SECCION TECNICA
CLASE <i>607</i>
SUBCLAS <i>C</i>

CLASE DE REGISTRO Una Patente de Introduccion, por diez años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE VEBA-CHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.
- sociedad alemana -

RESIDENCIA Y DOMICILIO Gelsenkirchen-Buer(ALEMANIA)
Dorstener Strasse 227

OBJETO " Procedimiento para la purificación de etanol "
Basada en las patentes alemanas federales 1.099.518 y

MC/.

385942

27



- 1.-

1

Los alcoholes crudos obtenidos en diferentes procedimientos, como es conocido, están impurificados con una serie de materias cuya eliminación va unida a considerables dificultades. Los usuales procedimientos de purificación trabajan en general de tal modo que el líquido conteniendo alcohol, que debe purificarse, se introduce en una columna, en cuyo extremo inferior se introduce la cantidad de vapor necesaria para la eliminación de las impurezas. Entonces las impurezas se extraen arriba en la columna, mientras que el alcohol purificado se somete a una purificación posterior en un dispositivo de rectificación. Las impurezas contienen todavía considerables cantidades de alcohol, cuya separación es muy difícil.

5

10

15

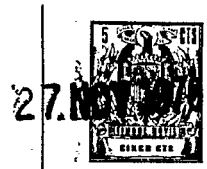
Especialmente en la purificación de alcohol, procedente de la hidratación catalítica de etileno, también puede procederse de tal modo que primeramente se ajusta el valor pH del producto de reacción, por adición de materiales alcalinos, para situarse entre 6 y 9, después de lo cual se destila fraccionadamente, y la solución de etanol así obtenida se hidrata en presencia de un contacto de níquel y se destila fraccionadamente otra vez.

20

25

Mientras que el procedimiento últimamente mencionado es complicado y costoso, los procedimientos primeramente mencionados ante todo tienen el inconveniente de que resultan considerables cantidades de alcoholes de poco valor. Por lo tanto, se ha propuesto proceder en la purificación del siguiente modo. En una columna se carga en el centro el alcohol crudo, en la parte inferior, la cantidad de latón ne-

30



385942

1
5
10
15
20
25
30

cesaria para la extracción de las impurezas, mientras que en la parte superior de la columna se efectua un rociado con agua pura o débilmente conteniendo alcohol, y esto de tal modo que allí la concentración del alcohol no sobrepase el 20%. En la punta de la columna se sacan los vapores, que contienen las impurezas en forma concentrada, se condensan y de nuevo se conducen al fondo superior de las columnas, en lo que, sin embargo, se extrae una cantidad parcial del condensado, de tal modo que la cantidad desviada corresponda a la cantidad de impurezas contenidas en el líquido de partida. En la parte superior de la columna se forma entonces una zona de impurezas muy concentrada. Es decir, este procedimiento puede mejorarse todavía más, porque se dispone en la cabeza de la columna un fondo de decantación para alcanzar una separación del líquido acumulado allí en una capa superior, rica en impurezas, que se extrae y una capa inferior. De esta manera debe ser posible obtener rendimientos de más de 99,% de alcohol puro. Sin embargo, se ha demostrado que el procedimiento no es adecuado para la purificación de alcoholes de síntesis propiamente impurificados, que especialmente contengan cantidades mayores de éter y de aldehídos, ya que no es posible una separación de los líquidos por decantación, a causa de la insuficiente disociación de la mezcla. Para evitar fenómenos de corrosión y para elevar el efecto de purificación, además es deseable que, desde la parte inferior de la columna conectada detrás, se provea de álcali el agua de rociado (agua lavadora) cargada sobre la cabeza de la primera columna.

27 NOV 1970

385942

- 3.-

1 Sin embargo, en esto se producen, por el conteni-
do de aldehidos del alcohol crudo, productos a modo de resi-
nas, que se depositan parcialmente en forma de incrustacio-
5 nes sobre los fondos de la columna y producen un perjuicio
en la eficacia de la columna. Estos fenómenos son especial-
mente muy fuertes cuando el etileno de partida, antes de la
síntesis, no se somete a ninguna hidratación separada.

10 Como a consecuencia de esto el acetileno, conteni-
do en el etileno, se convierte en su mayor parte en acetal-
dehido, se producen incrustaciones muy fuertes y fenómenos
de resinificación, que hacen imposible un procedimiento se-
guro en su funcionamiento. Además, es necesario interrumpir
de tiempo en tiempo el procedimiento para prever complicadas
15 y costosas medidas de limpiezas. Según el procedimiento co-
nocido, por lo demás, no es posible sin más purificar un
alcohol crudo inmediatamente que se presente en concentra-
ción pequeña. En general se parte de alcohol de 60% y más.
Si la concentración es inferior, entonces tienen que prever-
se todavía instalaciones especiales, mediante las cuales se
20 alcanza una reconcentración previa.

La presente patente se refiere ahora a un procedi-
miento para la fabricación de un alcohol altamente purifica-
do en rendimiento muy elevado, a partir de un producto de
25 síntesis, como se obtiene especialmente en la hidratación
catalítica de etileno mediante contactos de ácido fosfórico
llevado sobre materias aportadoras porosas. El alcohol resul-
tante en la síntesis en concentración aproximada de 10 a 15%,
en primera línea está impurificado con considerables cantida-
30

385942

27 NOV 1970

- 4.-

1 des de aldehidos, como acetaldehido, crotonaldehido, sorbi-
naldehido, además con ácidos, así como alcoholes superiores
y éter, ésteres, como etilacetato, etc.

5 Según la patente se efectúa la separación de estas
impurezas de tal modo que el alcohol crudo, tal como resulta
en la síntesis, sin reconcentración previa, no se carga en
el centro, sino sobre la parte superior de una primera colum
na lavadora, mientras que el agua de lavado, extraída en el
10 fondo de una columna rectificadora, contenida posteriormen-
te, liberada ampliamente del alcohol, que tiene un valor pH
de 8 a 12, se introduce de tal modo en la parte superior de
la primera columna, que uno o pocos fondos por debajo del
lugar de entrada del producto crudo penetra en la columna,
15 en lo que el condensado obtenido de los vapores extraídos de
la primera columna lavadora, total o parcialmente se carga
sobre una segunda columna lavadora menor, mientras que el
condensado residual, eventualmente restante, se devuelve en
corriente de retorno sobre la primera columna lavadora.

20 El procedimiento según la patente, de acuerdo con
esto, resuelve el problema de producir un alcohol de eleva-
da pureza con rendimiento extraordinariamente alto, sin fe-
nómenos de resinificación, porque el rociado en el agua la-
vadora alcalina sólo se efectúa en una zona de la columna,
25 que en su mayor parte está libre de impurezas formadoras de
resinas. Por el contrario, éstas están acumuladas concen-
tradamente en la zona superior, ya que, a consecuencia de la
elevada dilución del alcohol crudo cargado en la cabeza, en
su mayor parte llegan a la corriente previa y no a la corrien

30

385942

27



- 5.-

1 te posterior. Para separar las cantidades de alcohol, que
todavía existen eventualmente en los vapores extraídos en
la cabeza de la columna, se conecta posteriormente una se-
5 gunda columna lavadora esencialmente menor, que solamente
necesita estar ejecutada como columna de cuerpos de relleno
y sobre los que se cargan el condensado o los vapores mismos,
obtenidos de aquellos vapores. Una parte del condensado pue-
de cargarse de nuevo en contracorriente, sobre la primera
10 columna. Por ello se eleva esencialmente el rendimiento de
alcohol frente a los procedimientos hasta ahora usuales.

La adición de álcali se efectúa adecuadamente des-
pués de haberse sacado el agua de lavado fuera de la columna
de rectificación, respectivamente antes de su entrada en
15 la columna lavadora. También es posible cargar el álcali,
ya en la columna de rectificación, por encima de la entrada
del alcohol diluido. La adición se efectúa en ello de tal
modo que se garantice un valor pH del agua lavadora entre
8 y 12. Como materiales adicionales alcalinos entran en
20 consideración soluciones acuosas o alcohólicas, por ejemplo,
de los diferentes hidróxidos y carbonatos de álcali o alcali-
no térreos. Preferentemente se emplea hidróxido sódico o
potásico.

Por medio del dibujo pueden explicarse detallada-
25 mente una forma de ejecución a título de ejemplo del proce-
dimiento y de una instalación empleada para ello. El alco-
hol de 10 a 15% penetra en 1 en la columna lavadora 2. Las
impurezas recogidas en la parte superior de la columna 2,
pasan al condensador de retroceso 3, cuyo condensado se car

30

385942



- 6.-

1 ga total o parcialmente, a través de la tubería 5 sobre la
segunda columna lavadora 6, mientras que el resto eventual-
mente restante, como retroceso vuelve por la tubería 4, a
5 la columna lavadora 2. En el fondo de la columna 2, por la
tubería 9, que extrae el líquido, conteniendo aproximadamen-
te de 8 a 12% de alcohol y se aporta a la rectificación en
la columna 12. El agua de lavado extraída en el fondo de
esta columna, después de adición de tanto álcali, que se
10 garantice un valor pH de 8 a 12, se carga por una tubería
provista de una bomba 16, hacia la columna 2, donde con una
temperatura de aproximadamente 95 a 100°C se carga en un fon-
do por debajo de la entrada del alcohol crudo. Igualmente,
el líquido extraído en el fondo de la columna 6 se vuelve a
15 cargar por una tubería, provista de una bomba 10, sobre la
columna 12.

Los vapores extraídos de la columna 6, van al re-
frigerador 7, en los que se separan en el separador 8 las
impurezas resultantes como condensados. Desde la columna
20 de rectificación 12, por una tubería (no indicada en el di-
bujo), el alcohol puro se extrae en un rendimiento de 99,8%,
mientras que los vapores sacados por la cabeza, después de
condensación en el refrigerador 13, se vuelven a conducir
parcialmente por la tubería 14 en retroceso sobre la cabeza
25 de la columna, respectivamente pasan por la tubería 15 a la
columna 2. Sobre la cabeza de la columna 6, por una tubería
provista de una bomba 11, puede cargarse todavía más conden-
sado. Igualmente la segunda columna lavadora 5, a través de
la tubería 17 puede rociarse con agua de lavado.

30

385942

27 NOV 1970



- 7.-

1 En lugar de los alcoholes obtenidos en la hidrata
ción catalítica de etileno, mediante contactos de ácido fos-
fórico, también pueden obtenerse en buen rendimiento y alta
5 pureza otros alcoholes, que estén presentes en solución di-
luida y que contengan impurezas en gran cantidad semejantes,
por ejemplo, a aquellas, que se obtienen mediante otras con-
tactos como óxido de volframio, dióxido de titanio etc., o
que se obtienen por fermentación de materiales artificiales
o naturales de la manera descrita. Sin embargo, se ha demos-
10 trado, que el método de trabajo según la patente es especial-
mente adecuado para el alcohol resultante en el procedimien-
to primeramente mencionado, ya que es posible renunciar a
una hidratación efectuada antes de la síntesis, del acetile-
no contenido en el etileno de partida.

15 Ahora se ha demostrado sorprendentemente que este
procedimiento también puede ejecutarse de tal modo que el agua
de lavado, no se introduce uno o varios fondos por debajo
de la entrada del alcohol crudo en la columna, sino aproxi-
20 madamente penetra a igual altura que el alcohol crudo.
Adecuadamente, el alcohol crudo y el agua lavadora en ello
se introducen sobre el fondo más superior de la columna.
Este procedimiento tiene la ventaja especial de que se sepa-
ran casi cuantitativamente sobre la cabeza como producto de
25 preferencia de los hidrocarburos superiores, alcoholes supe-
riores, como por ejemplo ciertos polietilenos líquidos de
bajo valor molecular y etilalcohol terciario y por ello se
suministra un alcohol esencialmente más puro desde el sumi-
30 dero de la columna lavadora a la columna rectificadora, que

385942

27 NOV 1971



- 8.-

1 si el producto crudo se introdujera en la parte central o
superior de la columna. Una ventaja especial de este proce-
dimiento es también que, al utilizar columnas de cobre u
5 otras resistentes a la corrosión, el alcohol crudo también
puede ser destilado por un valor pH por debajo de 8, en es-
pecial también por debajo de 7, es decir en estado ácido sin
adición de lejía sódica. En esto se ha demostrado sorpren-
dentemente que la prueba de permanganato del alcohol termina
10 do también corresponde totalmente, sin adición, de lejía só-
dica, a las condiciones de calidad, por lo que se ha demos-
trado que también los aldehidos superiores, especialmente
los insaturados, por el modo de la destilación se habían
alejado prácticamente en su totalidad. Además se demuestra
15 que también la reacción de aceite metílico con aldehido sali-
cílico presenta valores esencialmente mejores que si el al-
cohol se destila según los procedimientos hasta ahora cono-
cidos.

20 El procedimiento según el presente invento reside
en el conocimiento sorprendente, de que, no obstante al lu-
gar de entrada más alto del agua de lavado, no pueden obser-
varse fenómenos de resinificación y que el grado de pureza
del alcohol producido está situado esencialmente más alto
que en los procedimientos hasta ahora usuales.

25 Esto probablemente debe residir en que los aldehi-
dos, contenidos en el alcohol crudo, salen destilándose muy
rápidamente, de modo que por debajo del lugar de entrada del
alcohol crudo, prácticamente ya no pueden encontrarse compo-
nentes aldehídicos, hidrocarburos y alcoholes superiores.
30

385942

27 NOV 1970

- 9. -

1 Adecuadamente entonces se procede, en la ejecución del pro-
cedimiento, de tal modo que el alcohol crudo, por ejemplo,
se carga sobre el fondo superior de la primera columna y
5 que en el mismo fondo entonces también se carga el agua la-
vadora alcalina mediante la cual se efectúa el rociado.

10 N O T A . -

=====

15 La presente patente de introducción, consta de las
siguientes reivindicaciones:

15 1.- Procedimiento para la purificación de etanol,
que se había obtenido por hidratación catalítica de etileno
mediante contactos de ácido fosfórico y que se obtiene como
alcohol crudo diluido, por destilación extractiva con agua
20 como medio de extracción y por rectificación caracterizado
porque el alcohol crudo, aproximadamente con concentración
de 10 a 15% se carga sobre la parte superior de una primera
columna lavadora, mientras que el agua de rociado, tomada en
el fondo de una columna rectificadora, conectada detrás, am-
25 pliamente liberada de alcohol, que tiene un valor pH de 8 a
12, se introduce de tal modo en la parte superior de la pri-
mera columna, que por uno o pocos fondos debajo del lugar
de entrada del producto crudo, penetra en la columna, en lo
que el condensado obtenido de los vapores desprendidos de la

30

M.

27 NOV 1970



385942

- 10.-

1 primera columna lavadora, total o parcialmente se carga so-
bre una segunda lavadora, mientras que el eventualmente re-
manente condensado residual se hace retornar en retroceso
5 sobre la primera columna lavadora.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
terizado porque el agua de rociado se introduce en un lugar
de la primera columna, que está situado en esencia a igual
10 altura con la entrada del producto crudo, pero no por enci-
ma de este lugar.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracte-
terizado al trabajar en columnas resistentes a la corrosión
se emplea un agua de rociado con un valor pH por debajo de 8.
15

4.- Procedimiento para la purificación de etanol.
Según se describe y reivindica en la presente me-
moria descriptiva, la cual consta de diez hojas foliadas y
escritas a máquina por una sola de sus caras.
20

Madrid, a 27 de Noviembre de 1970

CARLOS ROEB
P. P.

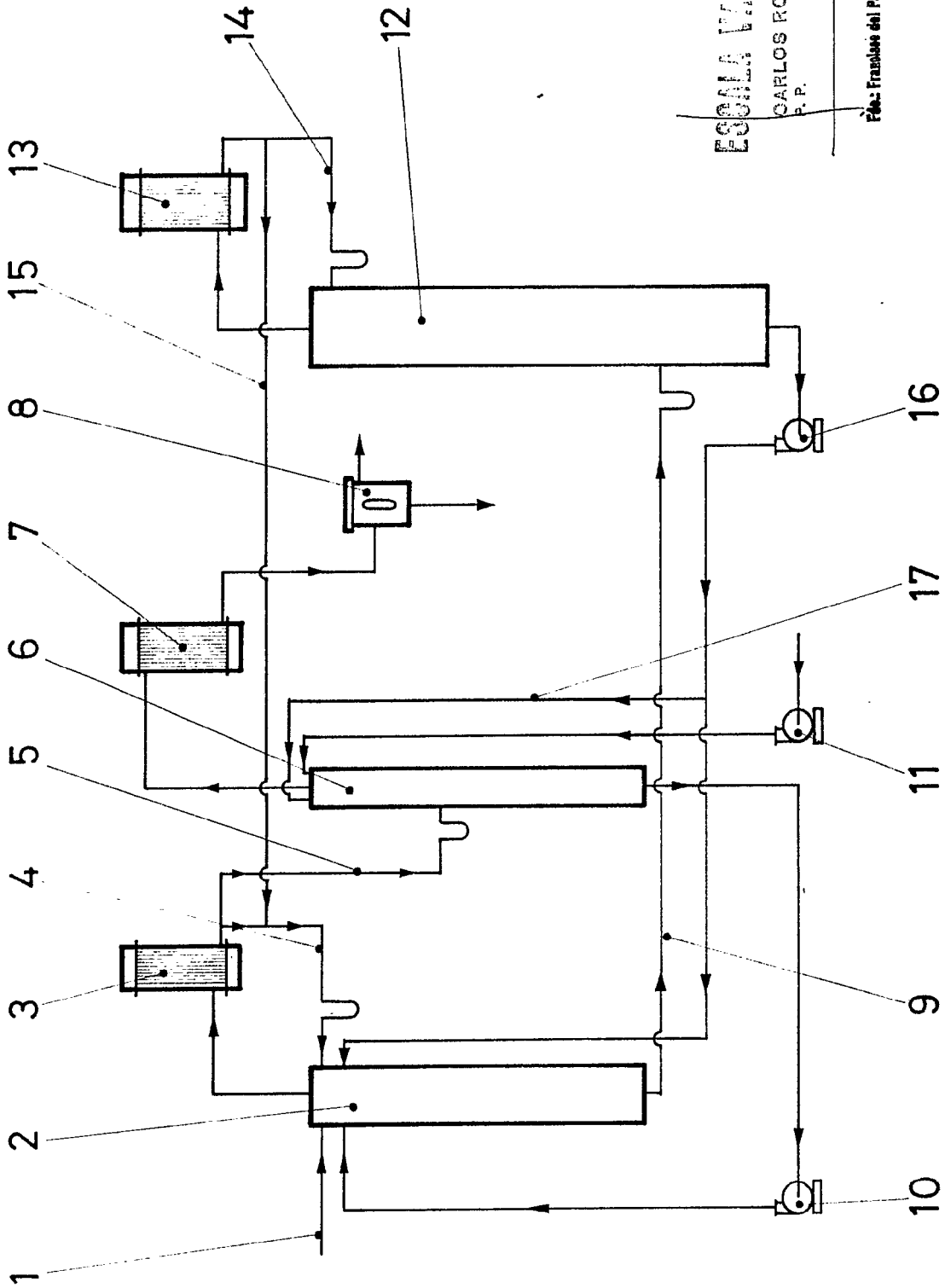
Fdo.: Francisco del Pozo

25

30

385942

385942

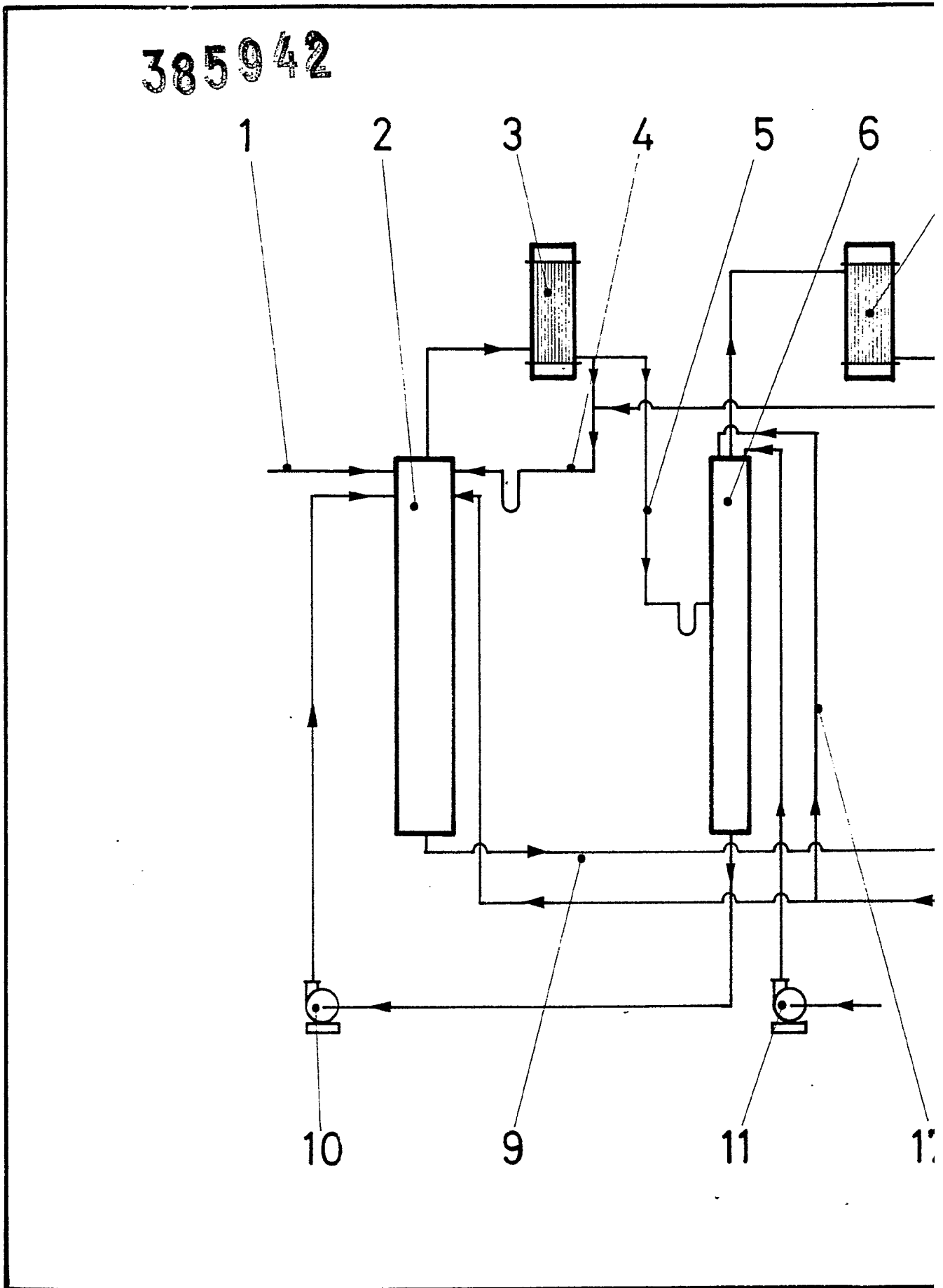


ESCALA VERTICAL

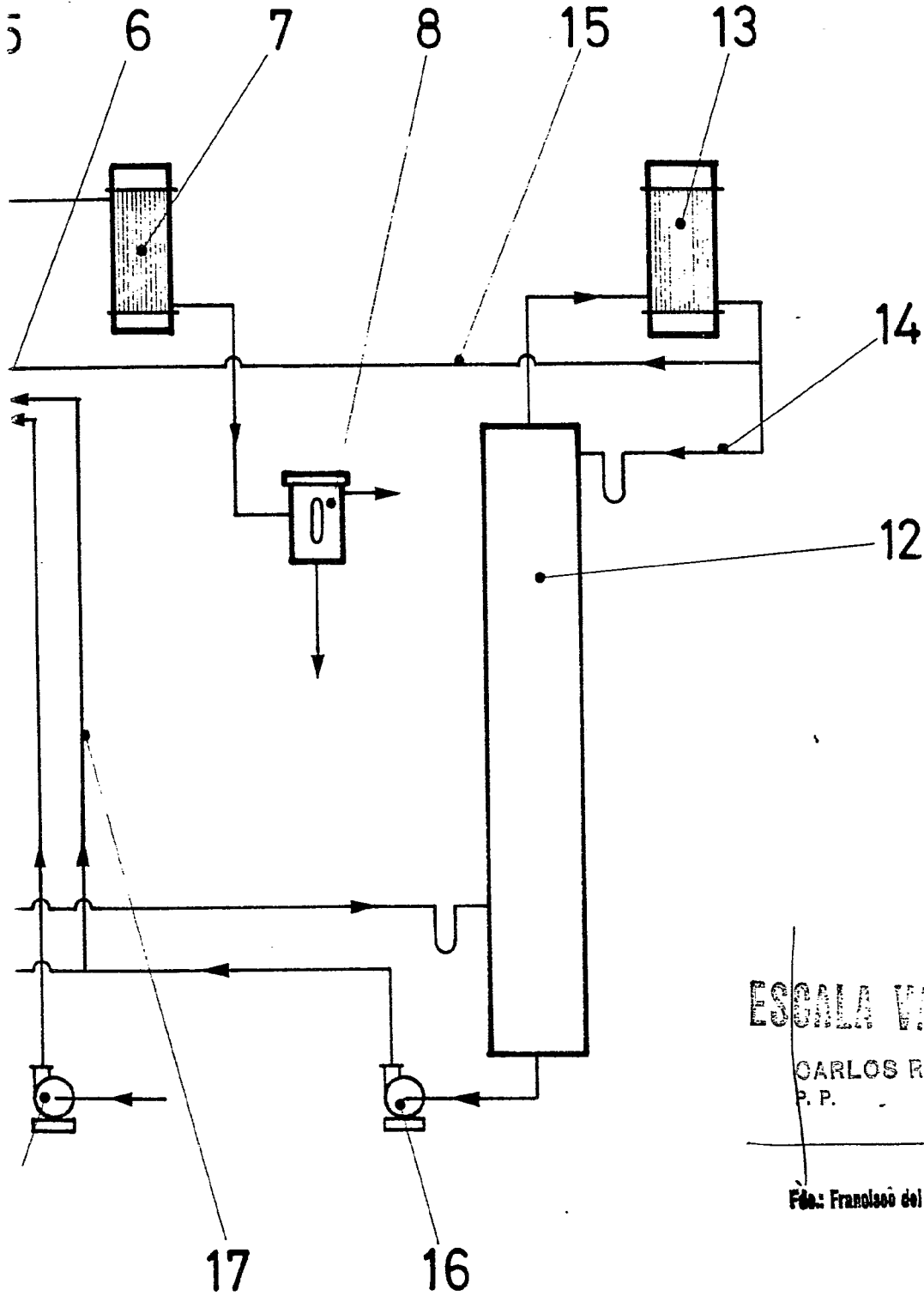
CARLOS ROEB
P. P.

Fila: Francisco del Pozo

385942



385942



ESCALA VARIABLE

CARLOS ROBE
P. P.

Fdo: Francisco del Pozo