

428042

PATENTE DE INVENCION

a favor de

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormals Meister  
Lucius & Brüning, de nacionalidad alemana, residente en  
Frankfurt (Main) (República Federal Alemana) por:

"PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR MEDIANTE DESTILACION EL AGUA DE  
MEZCLAS DE VARIAS SUSTANCIAS ORGANICAS".

-----  
Memoria descriptiva

El objeto del invento es un procedimiento para se-  
parar mediante destilación el agua de mezclas de varias sus-  
tancias orgánicas, que contienen al menos un componente misci-  
ble tan solo parcialmente con agua.

5

En muchos procesos técnicos se obtienen mezclas de



10 varias sustancias orgánicas con contenido de agua, de las que es preciso eliminar el agua mediante destilación. La separación resulta sencilla cuando el agua, sin necesidad de un gasto especial de separación, se produce como destilado o como producto de calderín, sin parte residual de los componentes orgánicos, tal como, por ejemplo, en la deshidratación de glicerina (agua como cabezas) o de metanol (agua como colas). Las circunstancias son por lo general más complicadas, puesto que se presentan mezclas binarias o ternarias de punto de ebullición con agua. Para la eliminación del agua mediante destilación, se agregan por lo tanto casi siempre componenetes que con el agua forman un azeotropo, y que no se mezclan o se mezclan poco con el agua, de modo que en el destilado se produce una separación en una fase acuosa y una orgánica. La fase acuosa se separa, y la fase orgánica formadora del azeotropo se devuelve a la destilación. El formador orgánico del azeotropo puede a este particular ser agregado a la mezcla como componente extraño, o bien estar contenido ya de por sí en la mezcla que ha de ser tratada. La deshidratación del azeotropo requiere un gasto elevado de energía cuando el contenido de agua en la mezcla destilada de agua/agente de arrastre es pequeño, puesto que entonces hay que evaporar a la vez una gran cantidad de formador orgánico del azeotropo, para eliminar el agua. Para la economía de esta deshidratación del azeotropo es por lo tanto importante, por un lado, la proporción de agua en la fase con-

15

20

25

30



vertida de vapor y, una vez terminada la condensación y la separación de las fases, la solubilidad del agua en la fase orgánica, puesto que la cantidad de agua disuelta en el formador del azeotropo es devuelta a la destilación. Determinante del consumo de energía, es la cantidad de agua separable por unidad de peso de destilado total, y que resulta de la diferencia entre la cantidad de agua en el destilado total, y la cantidad de agua que es devuelta con la fase orgánica a la destilación. Cuando el formador de azeotropo para el agua a descargar se encuentra ya en la mezcla, la realización técnica de la deshidratación del azeotropo se suele llevar a cabo por lo general de modo que la mezcla es alimentada continuamente a una columna de destilación. Del destilado de dos fases, se separa la fase acuosa. La fase orgánica es devuelta a la columna, para la nueva formación del azeotropo, siendo hecha penetrar en ella por la parte de cabeza, o bien entre la parte de cabeza y la entrada para la mezcla (compárese R. Billet, "Grundlagen der thermischen Fluessigkeitszerlegung", B.I. Hochschultaschenbuecher, 1962, página 142). En total se separa entonces como destilado la fase acuosa. La salida del calderín representa la mezcla residual, más pobre en agua o exenta de agua. Las mezclas técnicas de las que hay que separar el agua, contienen por lo general también componentes miscibles con agua, tales como, por ejemplo, ácidos carboxílicos con menos de 5 átomos de carbono. El dimensionado de la columna de destilación



tiene por lo tanto que estar calculado de tal modo, que el com  
ponente hidrosoluble no pueda llegar al destilado, puesto que  
menoscabaría la formación de las dos fases. Para que no ocurra  
ésto, el formador del azeotropo retornante del separador de  
60 fases es cargado en la parte de la cabeza de la columna. En-  
tre la parte de la cabeza y la entrada para la mezcla, el com  
ponente hidrosoluble es lavado de nuevo. El destilado total  
obtenido de la manera descrita contiene una cantidad de agua,  
que es sustancialmente menor que el contenido teórico de agua  
65 del azeotropo del correspondiente agente de arrastre con el  
agua. Los métodos encaminados a elevar el contenido de agua  
en el destilado tiene por ello importancia técnica, ya que  
con ello se reduce el gasto de energía para la separación del  
agua.

70 Ante la natural sorpresa se ha descubierto ahora que  
el contenido de agua en el destilado se puede aumentar conside  
rablemente, si para ello en el destilado, una vez separadas  
las fases, la fase orgánica no es devuelta como usualmente a  
la parte de cabeza de la columna, sino se divide en una parte  
75 que se devuelve a la parte de cabeza de la columna, y una par  
te que, junto con la mezcla de varias sustancias que contiene  
agua, o bien por debajo del punto de alimentación para la mez  
cla de varias sustancias, es devuelta a la columna de destila  
ción. De acuerdo con el invento, se trata de un procedimiento  
80 para la separación mediante destilación del agua de mezclas de



85 varias sustancias orgánicas, que contienen un componente mis-  
cible tan solo parcialmente con agua, mediante destilación  
azeotrópica de este componente con el agua contenida, separa-  
ción de fases del destilado y devolución del formador del azeo-  
tropo a la columna, procedimiento que está caracterizado por  
el hecho de que la fase orgánica, antes de ser devuelta a la  
columna, se divide en dos partes, siendo una de ellas devuel-  
ta a la columna a través de la parte de cabeza de la misma,  
mientras que la otra parte es devuelta a la columna a través  
90 de la entrada para la mezcla, o bien por debajo de la entrada  
para la mezcla.

El invento será explicado por la siguiente descrip-  
ción de un ensayo y a base de los ejemplos.

95 En la figura ha sido representado de manera esquemá-  
tica el procedimiento de acuerdo con el invento.

Para los ejemplos siguientes se eligió la siguiente  
disposición de ensayo: El tratamiento de la mezcla tiene lu-  
gar en una columna de vidrio (1) de platos en forma de campana,  
con 55 platos y 50 mm de diámetro interior. La mezcla proceden-  
te de un recipiente de reserva y equilibrador (2), es bombeada  
100 al plato 40º de la columna, a través de la bomba (3) y del con-  
tador de flúidos (4). El destilado se licúa en un condensador  
(5) refrigerado por agua, y se recoge en el separador (6), en  
el que tiene lugar la separación en fase orgánica y fase acu-  
sa. Se retira la fase acuosa, y la fase orgánica se hace pasar  
105



110 a dos recipientes equilibradores (7 y 8), hechos funcionar  
alternativamente. Desde los recipientes equilibradores (7 y  
8), mediante bombas (9) y (10), el destilado orgánico es bom  
beado de nuevo al interior de la columna de destilación (1),  
a saber, a través de la bomba (9) y el contador de fluidos  
(11), a la parte de cabeza de la columna (1), y a través de  
la bomba (10) y el contador de fluidos (12), a la entrada de  
la mezcla en el plato 40<sup>a</sup> de la columna (1). A través de la  
conducción (13) es descargado el producto de calderín de la  
115 columna (1).

Ejemplo 1

Deshidratación de una mezcla de acetato de vinilo,  
ácido acético y agua. La mezcla empleada consiste en 53% en  
peso de ácido acético; 12% en peso de agua, 35% en peso de  
120 acetato de vinilo.

a) sin conducción de retorno.

A la hora se alimentan a la columna 516 g de mezcla. El des  
tilado se separa en el separador de fases (6) en una fase  
acuosa, que es evacuada, y una fase orgánica que, a través  
125 de los recipientes (7) y (8) y mediante la bomba (9), es de  
vuelta por el contador de fluidos (11), sin dividir, a la  
parte de cabeza de la columna (1). Después de ajustadas con  
diciones de ensayo constantes, se obtienen en el separador,  
a una temperatura de la parte de cabeza de 68,5<sup>a</sup> C, 1030 g  
130 de fase orgánica, a la hora, y 41 g de fase acuosa. La des-



carga de agua, con relación al destilado total, asciende a 3,8%.

b) con conducción de retorno

135 A la hora se alimentan a la columna 520 g de la mezcla in-  
dicada en a). La fase orgánica que, en el separador de fa-  
ses (6), es devuelta a la columna a través de los recipien-  
tes (7) y (8), se divide. 4/5 partes del producto orgánico  
de retorno son devueltas por la bomba (10) y el contador  
de flúidos (12) a la columna, a través de la entrada para  
140 la mezcla, mientras que 1/5 parte del producto orgánico de  
retorno es conducida a la parte de cabeza de la columna a  
través de la bomba (9) y del contador de flúidos (11). Des-  
pués de ajustadas condiciones constantes se obtienen, a una  
145 temperatura de la parte de cabeza de 67° C, 940 g de fase  
orgánica y 55 g de fase acuosa a la hora. La descarga de  
agua, con relación al destilado total, asciende a 5,5%.

Gracias a la conducción de retorno se pueden descar-  
gar, con el mismo gasto de energía, aproximadamente 30% más  
de agua.

150 Ejemplo 2

Deshidratación de una mezcla de ácido acético, aceta-  
to de etilo, agua. La mezcla empleada contiene 45% en peso de  
ácido acético, 20% en peso de agua, 35% en peso de acetato de  
etilo.

155 a) sin conducción de retorno



160 A la hora se alimentan a la columna 500 g de la mezcla; la disposición es la misma que en 1 a). A una temperatura de la parte de cabeza de 74º C, se obtienen a la hora 1010 g de fase orgánica y 57 g de fase acuosa. La descarga de agua, con relación al destilado total, asciende a 5,2 % desprecian do el acetato de etilo disuelto en la fase acuosa.

b) con conducción de retorno

165 A la hora se alimentan a la columna 510 g de la mezcla; la disposición es la misma que en 1 b). A una temperatura de la parte de cabeza de 72º C, se obtienen a la hora 1020 g de fase orgánica y 85 g de fase acuosa. La descarga de agua, con relación al destilado total, asciende a 7,7% desprecian do el acetato de etilo disuelto en la fase acuosa.

170 Gracias a la división de retorno se pueden descargar, con el mismo gasto de energía, aproximadamente 32 % más de agua.

175 Esta Patente de invención se corresponde a la depositada en Alemania (República Federal Alemana) con el número P 23 35 673.2 y tiene prioridad de fecha 13 de julio de 1973 por acogerse a los beneficios del artículo 21 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión de París.

REIVINDICACIONES

180 1). Procedimiento para separar mediante destilación el agua de mezclas de varias sustancias orgánicas, que contienen al menos





un componente miscible tan solo parcialmente con agua, mediante destilación azeotrópica de este componente con el agua contenida, separación de fases del destilado y devolución del formador del azeotropo a la columna, caracterizado porque la fase orgánica se divide antes de ser devuelta a la columna, devolviéndose una de las partes de ella a la columna a través de la parte de cabeza de la misma, mientras que la otra parte se devuelve a la columna a través de la entrada para la mezcla, o por debajo de la entrada para la mezcla.

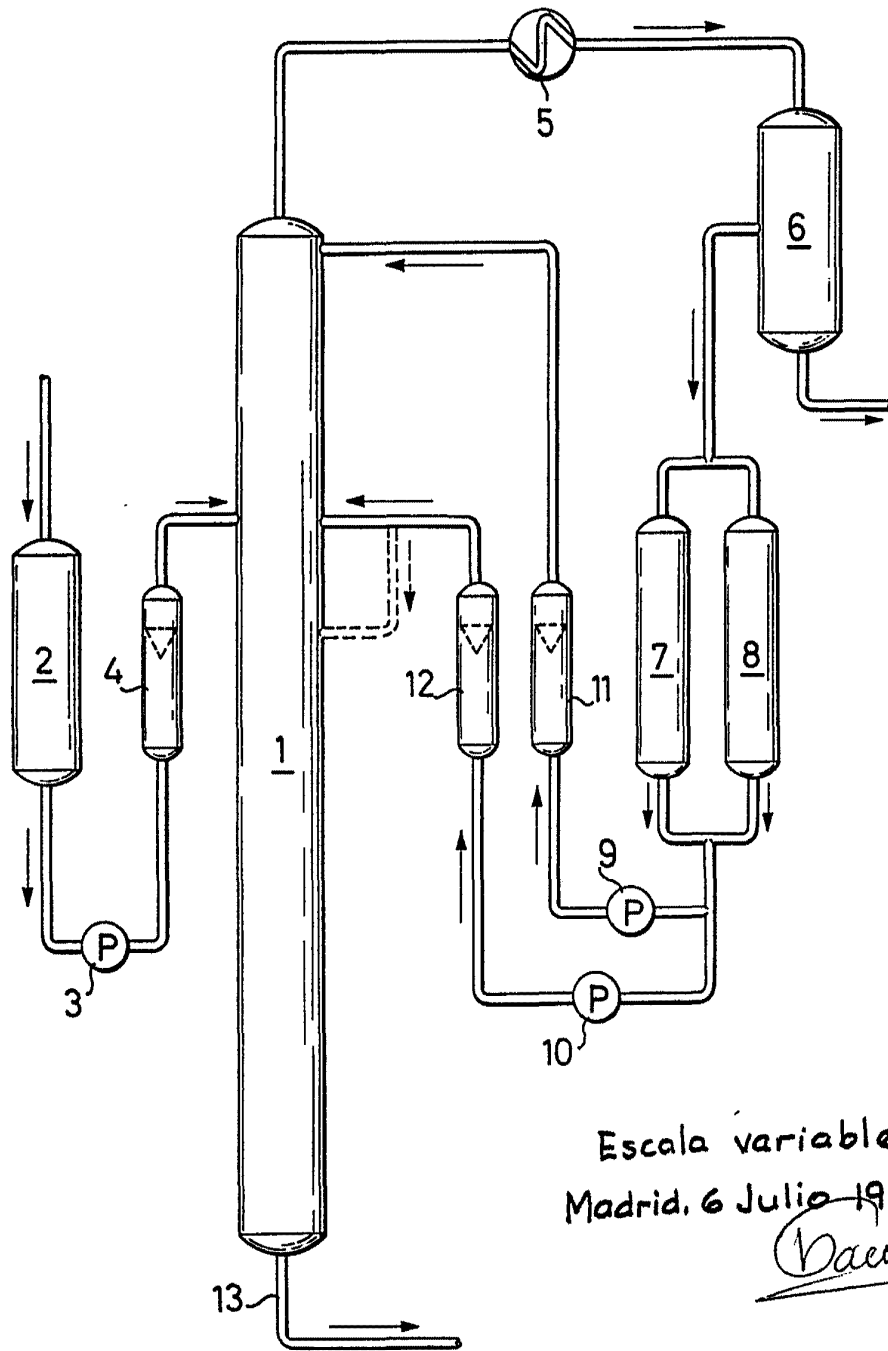
190 2). Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1), caracterizado porque la mezcla empleada de varias sustancias orgánicas, contiene además de agua ácidos carboxílicos con menos de 5 átomos de carbono, y sus ésteres.

3). Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1), caracterizado porque como mezcla de varias sustancias se emplea una mezcla de ácido acético, acetato de vinilo y agua.

4). "PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR MEDIANTE DESTILACION EL AGUA DE MEZCLAS DE VARIAS SUSTANCIAS ORGANICAS"

Esta Memoria consta de nueve hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, 6 de julio de 1974



Escala variable  
Madrid, 6 Julio 1974

*Dacyn*