

de hidrocarburos, especialmente de la vaselina, aceite de vaselina y otros similares.

De acuerdo con la técnica de este invento, el hidrocarburo del cual se ha de obtener el producto deseado, se trata a una elevada temperatura con ácido sulfúrico concentrado. Es preferible, valerse para el caso, de ácido sulfúrico que contenga anhídrido sulfúrico en estado libre, tal como el ácido sulfúrico fumante. Con todo, aumentando la duración de la reacción o la temperatura a qué se efectúa, o ambos factores, puede emplearse con buen resultado un ácido menos concentrado.

El hidrocarburo empleado para ello puede ser vaselina cruda, grasa de petróleo, uno de los lubricantes conocidos bajo el nombre de aceites negros, aceite oscuro para maquinaria u otro parecido, o bien una mezcla de esos productos. Este procedimiento perfeccionado, permite utilizar numerosos residuos de la destilación del petróleo, aun cuando sean de inferior calidad. La reacción se efectúa ventajosamente con un hidrocarburo relativamente inerte que permanezca líquido durante la operación. Ese disolvente inerte puede ser el producto previamente obtenido con este procedimiento, aunque también pueden emplearse otros hidrocarburos que no sean atacados por el ácido sulfúrico concentrado.

Cuando se emplea un disolvente relativamente inerte, se procede de la siguiente manera:-

Se mezclan, a una temperatura superior al punto de fusión de la vaselina, partes iguales, por peso, de aceite negro y de un hidrocarburo relativamente inerte, - de preferencia vaselina sin filtrar, pro-



cedente de una operación anterior, tratándose luego esa mezcla con una parte y media, por peso, de ácido sulfúrico fumante al 20%. El ácido deberá agregarse lentamente, agitando continuamente para evitar el brusco aumento de la temperatura. Generalmente es preciso cuidar de que la temperatura no suba a más de 170 grados C. en ninguna parte de la masa en reacción. Deberá calentarse de manera adecuada para que la temperatura se mantenga más o menos entre 120 y 160 grados C. Deberá agitarse por lo menos hasta que empiecen a formarse cuerpos carbonosos parecidos al coque, pudiéndose seguir agitando por más tiempo, si se estima conveniente, para evitar la formación de una masa carbonosa compacta.



La vaselina procedente de una operación previa ofrece la ventaja de que, habiéndosele extraído virtualmente todos los componentes susceptibles de ser atacados por el ácido, permanece en estado líquido de modo que la masa carbonosa puede flotar en ella. De esta manera se puede evitar fácilmente el recalentamiento de la parte inferior de la masa en reacción. Cuando se calienta con una llama descubierta, sin emplear un disolvente de aceite inerte, el vaso puede llenarse de substancia carbonosa, lo que puede ocasionar un recalentamiento que destruiría parte del producto más valioso. Este inconveniente puede evitarse, sin embargo, calentando el recipiente en que se hace la reacción por medio de un baño de maría en aceite, una camisa de vapor u otro medio conveniente. El disolvente inerte tiene, además, la ventaja de que permite un contacto adecuado del ácido con el aceite.

La duración del calentamiento varía con-

siderablemente según los casos, pero bastan generalmente 24 horas cuando se emplea ácido sulfúrico fumante al 20% a la temperatura indicada y con un aceite inerte. La reacción produce bióxido sulfúrico y puede considerarse terminada cuando ese gas cesa de desprenderse.

Se extrae luego el producto líquido que consiste en vaselina blanca con partículas carbonosas y generalmente una pequeña proporción de residuos de ácido. Ese líquido se purifica de manera adecuada, por neutralización y filtramiento, por ejemplo: Un método conveniente de neutralización consiste en la agitación de la vaselina con más o menos un diez por ciento, por peso, de arcilla para filtrar y uno y medio por ciento, por peso, de algún agente neutralizador, tal como el carbonato de calcio. En ciertos casos, hay que agitar durante 3 ó 4 horas seguidas a una temperatura de unos 120 grados C, para obtener una neutralización completa. Otras veces, la neutralización se efectúa más rápidamente. Es preferible filtrar la vaselina pasándola por la arcilla mientras conserva aún parte del calor impartido por la reacción. El filtro debe calentarse de manera adecuada por medio de una camisa de vapor u otro método conveniente para que la vaselina se conserve en estado líquido y pase más fácilmente. La masa carbonosa conserva una cantidad apreciable de vaselina que se recupera de la siguiente manera: La masa que queda en el recipiente de la reacción se disgrega, si es que está compacta, y se pasa al aparato de extracción. En éste, se trata con un disolvente adecuado, como nafta, benzol, , tetracloretileno u otro similar, el cual disuelve la vaselina aun existente en los cuerpos carbonosos sólidos o semisó-




lidos. La solución así obtenida se saca y se destila para separar el disolvente. La vaselina de la cual se ha extraído el disolvente se neutraliza y se filtra, en caso necesario. Pueden adoptarse también otros métodos para la separación de la vaselina, tales como el enfriamiento y dejar que se pose. Lo mejor cuando no se emplea un disolvente de aceite inerte, es proceder de la siguiente manera: Para la primera fase de la operación, se calienta vaselina cruda, u otro hidrocarburo adecuado, a una temperatura algo superior a la de su punto de fusión, dentro de un recipiente provisto de un agitador. Cuando la vaselina se ha derretido se la deja de calentar, se pone a funcionar el agitador y se vierte ácido sulfúrico que contenga como 20% de anhídrido sulfúrico, cuidando de hacerlo poco a poco de modo que la temperatura de la mezcla se mantenga más o menos por debajo de 100 grados C, y, preferentemente, a unos 70 grados C. El peso del ácido así vertido debe ser como de 1.5 veces (una vez y media) el de la vaselina cruda. Conviene agregar el ácido lentamente, durante un período de unas 24 horas, en el transcurso del cual, la temperatura de la mezcla debe mantenerse entre 60 y 70 grados C. Se obtiene así una mezcla de fluidez uniforme que contiene compuestos sulfonados de un color castaño rojizo. Cuando la reacción se efectúa debidamente, la mezcla se presenta virtualmente sin materias carbonosas libres.



La segunda fase de la operación implica el calentamiento de la mezcla entre unos 160 y 170 grados C. para la carbonización de los compuestos sulfonados. Generalmente, se forma en el fondo del recipiente de la reacción una masa carbonosa más o menos

compacta, sobre la cual se encuentra el producto líquido. Esta fase de la reacción puede durar unas 48 horas. Terminada la reacción, se deja enfriar la mezcla a unos 100 grados C. y se saca luego el producto líquido que suele contener compuestos sulfonados que han escapado a la carbonización, mas se necesita para ello una temperatura más elevada (generalmente de unos 200 grados C). Esto presenta, sin embargo, ciertos inconvenientes, debido a la dificultad con que se tropieza para mantener la temperatura de la reacción, y al peligro que existe de que la mezcla se inflame. Las materias carbonosas se extraen de la manera antes indicada.



Los residuos de compuestos sulfonados pueden extraerse por medio de una segunda reacción ácida. La vaselina impura, junto con la que se ha extraído de la masa carbonosa (de preferencia en la forma previamente indicada) se derrite, si es necesario, y se agita con ácido sulfúrico fumante más o menos al 20% de concentración, en la proporción de 30 a 40 partes más o menos de ácido por cien de vaselina, en peso. La adición del ácido puede regularse de la manera ya descrita para la primera fase. Después de haber agregado todo el ácido, se deja de agitar y se hace subir la temperatura a un máximo de 150 a 160 grados C. Los compuestos sulfonados quedan así carbonizados y la vaselina toma un tinto amarillo claro. Esta operación puede requerir unas 36 horas. La cantidad de materias carbonosas que se forman en esta operación es generalmente pequeña. Esas materias pueden extraerse como queda ya explicado, para recuperar la vaselina que contienen aún. La vaselina así tratada se deja enfriar,

sacándose luego el líquido y filtrándolo para quitarle las partículas de carbón.

En vez de someter la vaselina parcialmente purificada a un segundo tratamiento con ácido, pueden separarse los compuestos sulfonados remanentes y las demás impurezas, extrayendo la mezcla por medio de una substancia que no disuelva sino la vaselina. Puede emplearse perfectamente, para el caso, nafta ligera cuyo punto de ebullición final sea de menos de 90 grados C. Los alcoholes y otros disolventes sirven también para el mismo fin.


El que suscribe prefiere operar agregando lentamente el ácido y haciendo durar bastante la reacción, en la forma antes descrita. Con todo, puede operarse mucho más rápidamente sin gran sacrificio de los buenos resultados.

El producto líquido, después del segundo tratamiento con ácido ó de la extracción, puede filtrarse en arcilla, siendo preferible que ésta esté finamente molida y calentada. El filtro puede llenarse de arcilla unas dos terceras partes, manteniéndose la temperatura de la masa por medio de la circulación del vapor en una camisa dispuesta en torno del filtro, ó de alguna otra manera adecuada. La vaselina obtenida se pasa luego por el filtro, el cual puede manejarse de la manera que mejor convenga. El producto filtrado es generalmente de un color blanco puro mientras no se haya filtrado un peso de vaselina por lo menos igual al peso de la arcilla, después de lo cual podrá tener un matiz ligeramente verdoso que irá obscureciéndose á medida que se vaya agotando la arcilla. Tan pronto como la filtración deja de ser efi-



caz, la arcilla, que conserva vaselina en proporción, aproximada de un tercio de su propio peso, se deja enfriar á unos 50 grados C., y se separa por medio de un disolvente adecuado de la vaselina, tal como la nafta. La vaselina se recupera del disolvente mediante la destilación de este último, tomándose las disposiciones correspondientes para su condensación. La arcilla puede revivificarse de la manera tan conocida.

El bióxido sulfúrico que se desprende durante los tratamientos con ácido, puede recogerse por medio de un aspirador y pasarse á una solución de álcali, para formar bisulfito, ó puede recuperarse de alguna otra manera. La solución de carbonato de sodio de una concentración de 28 por ciento, resulta muy eficaz para la absorción del bióxido sulfúrico.



Las materias carbonosas de las cuales se ha extraído la vaselina se calientan, de preferencia en un horno giratorio, á unos 400 grados C durante un tiempo suficiente para expulsar casi todas las materias volátiles á esa temperatura. Durante esta operación se desprende también bióxido sulfúrico que puede recuperarse en la forma antes indicada. Las materias carbonosas se sacan del horno y se trituran en un molino de bolas ú otro molino parecido. Conviene hacer durar esa molienda hasta obtener un polvo casi impalpable. Ese polvo se calienta luego al rojo en un horno adecuado, agitándolo mientras tanto al contacto del aire. Ocurre una combustión parcial, consumiéndose generalmente la mitad del carbón para la producción de un producto de la actividad deseada. La combustión puede regularse de acuerdo con la superficie expuesta por el agitamiento. De esta mane-

ra, el carbón se vuelve muy poroso y absorbente. La activación del carbón puede considerarse terminada cuando una muestra sacada del mismo y agitada vigorosamente en agua, queda completamente mojada y se reparte por toda el agua. Los procedimientos á que se refiere el presente invento dan por resultado productos de vaselina de una gran pureza, que se distinguen por una ausencia casi completa de coloración, sabor y olor. No los afecta la exposición al aire ó á la luz, aun cuando sea por largo tiempo, y no son atacados por los ácidos ni por los álcalis, en condiciones normales.



En comparación con las vaselinas industriales anteriores, presenta mi nuevo producto la característica distintiva la libertad substancial de la decoloración cuando se trata con ácido sulfúrico de un 95 á 98 por ciento de fuerza aproximadamente con temperaturas hasta 100° C., ó más elevadas todavía.

Una de las mayores ventajas que ofrece este invento consiste en que permite obtener, especialmente con substancias inferiores, una vaselina de blancura nivea que no se deteriora con el tiempo.

Pueden adoptarse varios otros procedimientos dentro del radio de las reivindicaciones que se adjuntan como anexo, y en virtud de las cuales el que suscribe se propone reservarse los derechos referentes á todas las innovaciones que puedan derivarse de este invento, tan ampliamente como lo permita lo que en esta materia se haya hecho hasta ahora,

-o- N O T A -o-

Los puntos de invención propia y nue-

va que se presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE años, son los siguientes:

1º - Un procedimiento de purificación de los hidrocarburos, que implica el tratamiento de un hidrocarburo crudo con ácido sulfúrico concentrado y á una elevada temperatura hasta conversión casi completa de todos los componentes extraños en cuerpos carbonosos no fluidos y separación del producto líquido que contienen hidrocarburos virtualmente puros y fijos.

2º - Un invento, de acuerdo con el punto 1º, según el cual el producto líquido se neutraliza para extraerle el ácido remanente y se filtra para separar las partículas en suspensión.

3º - Un procedimiento de purificación de los hidrocarburos, que permite convertir en cuerpos carbonosos sólidos los componentes extraños que contienen dichos hidrocarburos, mediante el tratamiento con ácido sulfúrico concentrado y á una elevada temperatura, así como la separación por disolución de los hidrocarburos existentes en los cuerpos carbonosos así obtenidos, y la extracción de los hidrocarburos purificados que queden en el disolvente.

4º - Un procedimiento de purificación de los hidrocarburos, que comprende la conversión de los componentes extraños de éstos en cuerpos carbonosos sólidos, mediante el tratamiento con ácido sulfúrico concentrado y á una elevada temperatura, así como la separación del producto líquido, la separación por disolución de los hidrocarburos existentes en los cuerpos carbonosos, la extracción de la solución, y la separación de los hidrocarburos que quedan en el disolvente.



aumentándose la temperatura de la mezcla entre unos 160 y 170 grados C y manteniéndola durante un tiempo prolongado suficiente para carbonizar la mayor parte de los cuerpos sulfonados, separando luego el líquido de los cuerpos carbonizados y tratando el líquido para extraer los compuestos sulfonados que han escapado á la carbonización.

9º - Un invento, de acuerdo con el punto 8º, según el cual los compuestos sulfonados remanentes se carbonizan por tratamiento con ácido sulfúrico concentrado y á una elevada temperatura durante un largo periodo de tiempo, y se filtra el líquido purificado para separar los cuerpos carbonizados así formados.

10º - Un procedimiento para la preparación de vaselina blanca, virtualmente pura y estable, que comprende el tratamiento de la vaselina cruda con ácido sulfúrico concentrado y á una temperatura de unos 70 grados C., durante unas 24 horas, con lo cual los componentes extraños ó nocivos de la vaselina cruda se convierten en compuestos sulfonados, haciéndose subir la temperatura entre unos 160 y 170 grados C., durante unas 48 horas para carbonizar los compuestos sulfonados, sacándose el producto líquido y sometiéndolo á un segundo tratamiento con ácido para carbonizar los compuestos sulfonados remanentes, separando los cuerpos carbonosos del líquido, y filtrando el líquido en arcilla sumamente fina.

11º - En el procedimiento reivindicado anteriormente, una vaselina y sus análogos, caracterizados por la libertad substancial de decoloración cuando se tratan con ácido sulfúrico de un 95 á 98 por ciento de fuerza aproximadamente con temperaturas hasta 100º C.



12º - En el procedimiento reivindicado anteriormente, la vaselina caracterizada por la ausencia substancial de coloración, gusto y olor, por la estabilidad en la larga exposición al aire y a la luz, y por la libertad substancial de decoloración cuando se trata con ácido sulfúrico de un 95 á 98 por ciento de fuerza aproximadamente con temperaturas hasta 100º C.

13º - Un procedimiento para obtener vaselina, aceites de vaselina y para-fina de los residuos de hidrocarburos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de trece hojas escritas por una sola cara.

Madrid 10 de septiembre de 1925

P. A.
Alberto de Elzaburu
Por Poder



A handwritten signature in cursive script, which appears to read 'Al. Elzaburu', written over a horizontal line.