





En la fabricación de gelatinas de gran poder adsorbente, y en particular de gelatinas silíceas, tal como se practica actualmente, suele someterse la hidrogelatina a una levadura perfecta en agua fría o a la temperatura aproximada de 21° C, o inferior, para eliminar las impurezas solubles en agua, y luego se seca la hidrogelatina lavada. La densidad aparente de las gelatinas de este género aumenta considerablemente calentándolas a temperaturas relativamente elevadas, con objeto de "reactivarlas". Claro es que este cambio de densidad no se produce sino durante la primera o la segunda "reactivación"; por consiguiente, los caldeos repetidos a igual temperatura no modifican de manera sensible la nueva densidad.

Según el presente invento, se ha visto que lavando la hidrogelatina con ayuda de agua tibia o caliente, esto es, de agua que se haya calentado por encima de 21°C, y secándola en seguida en forma conveniente, el producto obtenido posee una densidad menos expuesta al influjo de reactivaciones a elevada temperatura. En otros términos, un producto obtenido por un procedimiento en el cual se haga uso de lavadura con agua caliente, posee una densidad que no aumenta de modo apreciable a consecuencia de una reactivación a temperaturas altas. El producto de este procedimiento ~~contiene~~ además menos impurezas, es decir, que el residuo es más débil que el de las gelatinas obtenidas por un procedimiento en que la hidrogelatina se lave en agua fría, suponiendo igual duración de lavado en ambos casos. Esta duración debe estimarse comprendida, salvo indicación en

contrario, entre 36 y 48 horas.

Estas nuevas gelatinas tienen también en mayor grado el poder de adsorber sustancias tales como los gases, líquidos o vapores, y este poder no disminuye notablemente a causa de reactivaciones a elevadas temperaturas.

Por consiguiente, uno de los fines principales del presente invento es el de fabricar gelatinas "de poca densidad", duras, porosas, muy adsorbentes y de una gran pureza.

El invento tiene también por objeto la fabricación de gelatinas poco densas y muy adsorbentes, susceptibles de ser activadas en forma señalada a temperaturas relativamente altas, sin que ello perjudique de modo apreciable su poder de adsorber vapores, líquidos o gases.

También tiene por objeto el invento la lavadura de una hidrogelatina en agua tibia o caliente, esto es, en agua a temperatura superior a la ambiente.

Las fases del procedimiento completo son las siguientes:

1.<sup>a</sup> En forma conveniente cualquiera se prepara una hidrogelatina que pueda convertirse en gelatina de gran capacidad de adsorción. Según un procedimiento muy conocido, para obtener una hidrogelatina siliciosa se mezclan, removiéndolas enérgicamente, soluciones de silicato y de ácido empleados en proporciones y a concentraciones propias para dar una solución coloide dotada de una acidez de 0,1 N a 0,9 N, preferentemente 0,5 N. Si se emplean volúmenes iguales de soluciones de silicato y de ácido,



puede tomarse una solución a 25°Bé de silicato de sodio y otra a 21,5°Bé de ácido sulfúrico. El silicato de sodio empleado contiene aproximadamente 4,6 % de  $\text{Na}_2\text{O}$  y unos 16,35 % de  $\text{SiO}_2$  utilizables. La solución de ácido sulfúrico empleada contiene unos 23 a 25 % de  $\text{SO}_4\text{H}_2$  aprovechables. Es necesario agitar vigorosamente para mantener todas las partes de la solución en estado ácido. Cuando esto no se hace, el álcali y el ácido reaccionan y dan un precipitado que no puede convertirse en adsorbente satisfactorio. Si las concentraciones y proporciones del ingrediente son tales que el exceso de ácido contenido en la solución resulta muy débil, por ejemplo, inferior a 0,1 N, la tendencia de los ingredientes a reaccionar para formar un precipitado puede retardarse enfriando los ingredientes antes de la mezcla o durante la misma.



2a. - Se deja reposar la solución coloidal, cuya viscosidad aumenta gradualmente hasta que, al cabo de algunas horas, la masa entera se endurece y coagula espontáneamente en un cuerpo homogéneo llamado "hidrogelatina". Esta coagulación se realiza con preferencia a 21° C aproximadamente, y requiere unas cinco horas. Si una hidrogelatina de este género se lava convenientemente y se deshidrata casi por completo, se obtendrá una gelatina dura porosa de gran capacidad de adsorción.

Claro es que el invento no se limita a este modo particular de fabricar la hidrogelatina, pues pueden aplicarse otros procedimientos.

3a. - Se deja entonces reposar la hidrogelatina durante dos horas más, lo que da un total

de siete horas a partir de iniciarse la mezcla, y se rompe luego en trozos, que se colocan en platillos apropiados.

4a. - Según el invento, la hidrogelatina se somete luego a un tratamiento de lavadura en agua caliente. El agua empleada en este tratamiento es la que se ha calentado a una temperatura superior a 21°C, pero sin pasar de 80°C y mejor aún de 65°C. Continúa lavándose la hidrogelatina en agua tibia o caliente durante un lapso de 36 a 48 horas.

5a. - Luego se retira la gelatina de los platillos y se seca de un modo corriente. Según un procedimiento, esto se consigue haciendo pasar una corriente de aire por la gelatina y en torno a ella, a la temperatura de 75 a 120°C, durante cierto lapso, y aumentando luego poco a poco esta temperatura hasta 300-400°C; pero pueden emplearse otros procedimientos que permitan obtener un producto satisfactorio. Habitualmente, la desecación reduce el contenido en agua a 5 hasta 15 % del peso de la gelatina completamente deshidratada. La densidad aparente del producto seco es inferior a 0,6 gramos por cc. Esto constituye la densidad aparente de la gelatina granulada, esto es, en estado de pasar por un tamiz de 3 a 5 mallas por centímetro lineal, después de lavada con agua a 65°C mientras conservaba el estado de hidrogelatina.

Para ser breves, las gelatinas que se han lavado con agua fría mientras eran hidrogelatinas, se llamarán "gelatinas lavadas en frío", y las obtenidas lavando la hidrogelatina con agua caliente, según el invento, se llamarán "gelatinas lavadas en ca"



liente". Además, salvo indicación en contrario, estas gelatinas se lavaron a temperaturas diversas que varían entre 40 y 80°C, durante un lapso de 42 horas.

El hecho de que las gelatinas lavadas con agua caliente poseen numerosas ventajas sobre las gelatinas lavadas en frío se ha comprobado por una serie de ensayos comparativos de muestras de cada tipo. Se ha visto que las gelatinas lavadas en caliente son más puras, esto es, contienen un residuo neto proporcionalmente más débil que las gelatinas lavadas en frío. Para determinar esta circunstancia, se analizaron cuantitativamente muestras adecuadas de cada uno de estos tipos de gelatina, evaporando hasta sequedad una muestra pesada de cada una de ellas con ácido fluorhídrico y ácido sulfúrico químicamente puros, y repitiendo esta evaporación hasta que el residuo final o total que quedó en el crisol o cypela de platino no cambiara de peso. Por cualquiera de los procedimientos conocidos se determina el contenido en óxido de hierro y de aluminio. El "residuo neto" es el residuo disminuido en el contenido en estos óxidos.

La gelatina lavada en frío dió un resultado total (impurezas contenidas en la gelatina terminada), de 0,86 % aproximadamente, donde 0,62 % corresponden al contenido en hierro y aluminio en forma de  $Fe_2O_3$  y  $Al_2O_3$ , de manera que el residuo neto era de 0,24 % poco más o menos. Las gelatinas lavadas en caliente tenían un residuo total de 0,38 a 0,23 % aproximadamente, correspondiendo al contenido en hierro y aluminio como  $Fe_2O_3$  y  $Al_2O_3$  unos 0,32 a 0,20 %, lo que deja un residuo neto de 0,06 a 0,03.



La gelatina lavada en caliente a 65°C dió un residuo total de 0,20, con 0,16 para el contenido en hierro y aluminio en igual forma y 0,04 aproximadamente de residuo neto.

Se entiende desde luego que estos resultados no son más que aproximados, y se basan en gelatinas preparadas con ayuda de especies típicas de silicato y ácido del comercio, empleando para la lavadura el agua ordinari de las canalizaciones. Los resultados no serían indudablemente los mismos empleando productos químicos químicamente puros que procedentes de fuentes muy distintas. Además, la mayor parte del óxido de hierro de la gelatina final comprende el del agua de lavadura. Si para ésta se emplease agua pura, el contenido de las gelatinas en óxido de hierro y de aluminio sería escaso. De todas suertes, estos resultados muestran que las gelatinas lavadas con agua caliente son más puras que las que se lavancon agua fría.



Las gelatinas lavadas con agua caliente tienen una densidad aparente más débil que las lavadas con agua fría, propiedad que aumenta en mucho el valor de la gelatina. La frase "densidad aparente" se emplea aquí para designar el peso de una substancia en gramos por cc. Así, por ejemplo, al decir que una gelatina posee una densidad aparente de 0,5 esto quiere decir que dicha gelatina pesa 0,5 gramos por cc.

Un análisis de las muestras de gelatinas lavadas con agua caliente y de las lavadas con agua fría en estado granular (en estado de pasar por tamices de 3 a 5 mallas por centímetro lineal), y ac-

tivadas o sometidas a un tratamiento con agua calentada a 316°C durante unas tres horas, ha demostrado que las gelatinas lavadas con agua caliente tienen una densidad aparente de 0,696 a 0,522 aproximadamente mientras que la densidad aparente de las gelatinas lavadas con agua fría, se ha encontrado que es superior a 0,7. La densidad aparente de las gelatinas lavadas con agua caliente a 65°C era de 0,606 poco más o menos.



Se ha visto que las mismas gelatinas en polvo, susceptibles de pasar por un tamiz de 78 a 118 mallas por centímetro lineal, poseían, después de activadas a unos 538°C durante tres horas, en vez de serlo a 316°C, una densidad aparente de 0,909 a 0,644 si lavadas con agua caliente, y de 0,953 si lavadas con agua fría. Las calentadas en agua a 65°C tenían una densidad aparente de 0,792.

También se advirtió que las mismas gelatinas, activadas a unos 871°C durante tres horas, en vez de serlo a 538°, poseían una densidad aparente de 1,24 a 0,797 si lavadas con agua caliente y de 1,33 si lavadas con agua fría. La densidad aparente de la gelatina lavada con agua a 65°C era de 0,99.

Las muestras de las gelatinas lavadas con agua caliente y de las lavadas con agua fría que se emplearon en el análisis de estas gelatinas, activadas a las temperaturas indicadas de 316, 538 y 871°C respectivamente, provenían de gelatinas que se habían lavado aproximadamente durante igual lapso en estado de hidrogelatinas.

Los ensayos han puesto de relieve así mismo que las gelatinas lavadas con agua caliente son



mejores adsorbentes en la fase líquida que las lavadas con agua fría. Esto se determinó sometiendo muestras apropiadas de las dos clases de gelatinas, activadas a 538°C durante tres horas a un ensayo denominado "de eliminación del azufre". El líquido tratado por muestras de las gelatinas respectivas era un destilado de kerosina mejicana no refinada, con un contenido en azufre de 0,756 % aproximadamente en peso. Los ensayos se hicieron mezclando dos partes del destilado con una parte de la gelatina pulverulenta, y sacudiendo vigorosamente la mezcla durante quince minutos. Luego se separó la gelatina siliciosa del aceite, y se determinó el contenido de este último en azufre. Con las gelatinas lavadas en agua fría, el destilado acusó alrededor de 0,44 de azufre. Las fracciones del destilado tratadas por las muestras de gelatinas lavadas con agua caliente dieron aproximadamente 0,414 a 0,320 de azufre. El destilado sometido a tratamiento por una gelatina lavada con agua caliente a 65°C dió 0,340 poco más o menos.

Tratando el mismo destilado por muestras apropiadas de las mismas gelatinas, activadas a unos 871°C, durante unas tres horas, en vez de serlo a 538°C, el análisis probó que el destilado tratado por la gelatina lavada en frío poseía 0,756 de azufre; que las fracciones de destilado tratadas por las gelatinas lavadas en caliente tenían de 0,712 a 0,470 de azufre; y que la fracción de aquel tratada por la gelatina lavada con agua a 65°C, contenía alrededor de 0,503 de azufre.

Además de las propiedades mencionadas, las gelatinas lavadas con agua caliente poseen el po-

der de adsorber vapores en grado igual o superior al de las gelatinas lavadas con agua fría. Esto se determinó sometiendo muestras de ambas clases a un ensayo de adsorción con agua en estado de vapor. El ensayo se efectuó haciendo pasar aire saturado de 12,5 gramos de agua por metro cúbico de aire a 25°C, en contacto de 10 gramos de gelatinas lavadas con agua fría y 10 gramos de gelatinas lavadas con agua caliente, a la velocidad de 50 cc, por gramo y por minuto. El análisis de las gelatinas así tratadas probó que en el caso de las gelatinas lavadas en frío, la proporción de adsorción era de unos 26 %, mientras que con las lavadas en caliente esta proporción era de 34, 42 a 39,08 %. Con gelatina lavada en agua a 65°C, la proporción dicha era de 39,08%.



Cuando estas mismas gelatinas se sometieron a una mezcla de aire saturado de  $\left\{ \begin{array}{l} 354 \\ 25 \end{array} \right.$  en lugar de 12,5 gramos de agua por metro cúbico de aire, por el análisis se vió que el porcentaje de adsorción de las gelatinas lavadas con agua caliente era de unos 40,10 a 56,10 %, el de las lavadas con agua fría de unos 33,30 %, y el de las lavadas con agua a 65°C de un 51%.

Se ha visto que aumentando la duración del lavado de la hidrogelatina con agua caliente (la duración especificada más alta fué de 36 a 48 horas), puede obtenerse una gelatina que posea, en cuanto a densidad, propiedades análogas a las de las gelatinas obtenidas lavando la hidrogelatina con agua a temperatura más elevada. Por ejemplo, una hidrogelatina lavada con agua de 65°C puede hacerse equivalente, en densidad aparente, a una gelatina que se

haya lavado en estado de hidrogelatina con agua a 74°C, aumentando la duración de la lavadura de esta hidrogelatina de 40 a 86 horas. Si esta duración se prolonga hasta 120 horas, se puede obtener una gelatina que equivale, en cuanto a densidad aparente, a una gelatina que se haya lavado con agua a 80°C., en estado de hidrogelatina, durante 36 horas.

El invento se ha descrito refiriéndose se al tratamiento de una hidrogelatina siliciosa, pero es evidente que puede aplicarse lo mismo al tratamiento de otras hidrogelatinas, por ejemplo, las de los óxidos tungstíco, aluminico, y titánico, o combinaciones de estas hidrogelatinas.

La densidad de la gelatina desecada se rige y predetermina por la temperatura del agua que se emplea para lavar la hidrogelatina. Para gelatina de baja densidad la temperatura puede ser de 175 grados Fahrenheit, para una densidad media, esa temperatura puede ser de 150, y para una densidad mas elevada, dicha temperatura puede ser de 105.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 30 de diciembre de 1927, bajo el número 243762, se acoge a los beneficios del artículo 16 de la Ley de Propiedad Industrial.

“O” N O T A “O”

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE años, son los siguientes:

1º - Como producto industrial nuevo, una



gelatina dura, porosa, de gran potencia adsorbente, resistencia al calor y dotada, en estado granular, de una densidad aparente aproximada de 0,52 a 0,69, prefiriéndose la de 0,60, determinada después de calentarla a 316°C.

2º - Como producto industrial nuevo, una gelatina dura, porosa, de gran potencia adsorbente, resistente al calor y dotada, en polvo, de una densidad aparente aproximada de 0,64 a 0,909, y con preferencia 0,792, determinada después de calentarla a 538°C.



3º - Como producto industrial nuevo, una gelatina dura, porosa, de gran poder adsorbente, resistente al calor y dotada, en polvo, de una densidad aparente aproximada de 0,797 a 1,24, con preferencia 0,99, determinada después de calentarla a 871°C.

4º - Un procedimiento para preparar las gelatinas especificadas en los puntos anteriores, consistente en preparar una hidrogelatina y lavarla con agua a una temperatura superior a 21°C; caracterizado además por no pasar la temperatura del agua de 80°C, y preferirse la de 65°C.

5º - Un procedimiento conforme se reivindica en el punto anterior; caracterizado además por prolongarse la lavadura de la hidrogelatina durante un lapso de 36 horas, por lo menos.

6º - El método de preparar gelatinas desecadas de diferentes densidades, que consiste en tratar la hidrogelatina con agua a una predeterminada temperatura, siendo ésta mas elevada cuanto más bajas la densidad.

7º - Mejoras en las gelatinas, con el

precedimiento correspondiente para su fabricación.

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, 29 de diciembre de 1928.

P. A.  
Alberto de Elzaburu  
Por Poder

