

P. 2.873 :

Case I - S. P.

162680

10 AGOS 1943



162680

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

10 AGOS 1943

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de Magyar Olajművek R. T. entidad húngara, establecida en Medach Imre ut 7, Budapest, HUNGRIA, por

"UN PROCEDIMIENTO DE ELABORAR ACEITES BRUTOS,
"PRODUCTOS DE LOS MISMOS Y SUS RESIDUOS,
"EMPLEANDO DISOLVENTES".

=====:

La elaboración de aceites brutos o de residuos de los mismos, que además de parafina contienen



162680

asfalto, tropieza en general con dificultades, especialmente cuando antes de la desparafinación no se separan los asfaltos.

5 Cierta es que ya se ha propuesto un procedimiento de desparafinación sin separación previa de los asfaltos. Pero este procedimiento no es satisfactorio, porque de este modo no se puede obtener ni una parafina sin aceite ni la cantidad total de los aceites contenidos en el producto bruto. Los otros
10 procedimientos que también se han propuesto sirven únicamente para desparafinar destilados sin asfalto, a excepción del procedimiento con propano, en el cual, sin embargo, los asfaltos tienen que separarse antes de la desparafinación.

15 Los aceites brutos y residuos de los mismos con contenido de asfalto y parafina contienen, además de las partes de aceite, asfaltos duros, resinas de asfalto, resinas de aceite, así como parafina, y a menudo también cerasina amorfa u microcristalina.

20 En el resultado final, los procedimientos propuestos hasta ahora y que tenían por objeto la separación mas completa posible, tan importante para la ulterior elaboración, de estos componentes contenidos en el aceite bruto y en los residuos del mismo, no han con-
25 ducido hasta ahora a ninguna solución prácticamente satisfactoria.

Primeramente los aceites a obtener tienen que



162680

libertarse de los asfaltos duros y resinas de asfalto que dificultan su empleo. Es además recomendable separar también entre sí las parafinas y cerasinas, ya que el precio de las cerasinas es más alto que el de las parafinas producidas en grandes cantidades. Además la cerasina es también aplicable para otros objetos.

Por el procedimiento del invento se pueden elaborar con buen resultado aceites brutos y residuos de los mismos que contienen al propio tiempo asfaltos y parafina, sin separación previa de los componentes asfálticos. Se consigue por un lado separar la parafina y la cerasina independientemente entre sí y prácticamente libres de aceite, y por otro lado obtener también por separado los aceites nafténicos y parafínicos contenidos en la primera materia de partida, de tal manera que los aceites obtenidos, lo mismo que la parafina, ya no contienen en cantidades dignas de mención asfalto duro y resinas de asfalto, y además tampoco se separan productos intermedios de menor valor.

Por consiguiente, por el procedimiento se obtienen, sin productos intermedios, únicamente productos finales, a saber:

1º - Un aceite nafténico de bajo punto de congelación.

2º - Un aceite parafínico de bajo punto de congelación.

3º - Una parafina cristalina sin aceite.

10



162680

4º - Una ceresina amorfa o microcristalina, pero que aun contiene asfalto duro.

5 La ceresina bruta mencionada en el número 4 puede también descomponerse en el procedimiento ulterior, separándose la mayor parte de los componentes asfálticos como quinto producto.

10 El punto de congelación de los aceites nfténicos y parafínicos obtenidos está en íntima relación con la temperatura de enfriamiento empleada. Para la fructuosa realización del procedimiento tiene importancia especial la debida elección o la debida composición del disolvente empleado.

15 El punto de congelación de los aceites obtenidos por el procedimiento (en contraste con los productos de otros procedimientos conocidos) coincide en general con la temperatura de enfriamiento, o es aún mas bajo, en especial en las fracciones de aceite nfténico.

20 En los procedimientos conocidos en que se empleaban también disolventes, los aceites o los residuos de aceite libertados de los asfaltos por destilación previa se sometían a un enfriamiento por lo menos a -10° , para obtener de esta manera un "producto parafínico" y simultáneamente un aceite sin parafina.

25 Sin embargo, dicho "producto parafínico", contenía siempre aceite, de manera que así no podía obtenerse ni una parafina completamente libre de aceite, ni la cantidad

10



162680

5 total de aceite de la primera materia elaborada. Por tanto de este modo se obtenia en cantidades no despreciables un producto intermedio de poco valor, el llamado "petrolatum" (torta o escamas de parafina), que es una mezcla de componentes de aceite y parafina, cuya elaboraci3n ulterior por lo general no es sencilla, o bien, si se lo elabora para obtener parafina, se obtiene como producto accesorio un aceite de alto punto de congelaci3n inutilizable en esta forma.

10 En los procedimientos hasta ahora propuestos se emplea como disolvente benzol con bi3xido sulf3rico, o mezclas de acetona, benzol o toluol, o recientemente, de butamona, benzol o toluol, o tricloretileno o dioloretileno, tambi3n mezclados con benzol. En
15 estos procedimientos era preciso proseguir el enfriamiento hasta $6-12^{\circ}$ menos que el deseado punto de congelaci3n, y en el procedimiento con propano la temperatura de enfriamiento, ya baja de por s3, deb3a reducirse a3n en unos $25-35^{\circ}$.

20 En el procedimiento del invento se emplean como disolventes mezclas de esteres de 3cidos grasos l3quidos a la temperatura y a la presi3n ordinarias, que contienen por lo menos 30 % de 3steres "ligeros" y a lo sumo 50 % de 3steres "pesados". Cualquiera reba-
25 samiento de estos datos num3ricos puede ejercer una acci3n desfavorable, pero las peque3as oscilaciones de la composici3n del disolvente durante el funcionamiento



162680

careza de importancia.

5 Como ésteres "ligeros" se consideran, en el sentido de la presente descripción, los ésteres metílico o etílico del ácido fórmico o del ácido acético; todos los demás ésteres se consideran "pesados", con excepción de los ésteres metílico, etílico o propílico del ácido propiónico, así como los ésteres propílicos del ácido fórmico o acético. Estos últimos ocupan una posición intermedia y pueden, en la mezcla

10 de ésteres, sustituir en cierta medida tanto los ésteres "ligeros" como los "pesados".

15 La necesidad de la mezcla de ésteres alcanza en promedio de 150-200 % aproximadamente, calculados sobre la cantidad de la primera materia; solo por excepción se necesita más, o sea de 250 a 300 % aproximadamente. Pero para muchas clases de aceites basta ya un 100 % aproximadamente. En interés de la filtrabilidad cada vez mas rápida y perfecta, tanto los aceites brutos que contienen asfalto como los residuos de los mismos y las mezcla de disolventes se calientan previamente a una temperatura mas alta que el punto de congelación de la primera materia. Por consiguiente, las primeras materias deben disolverse o fundirse completamente en el comienzo, esto es, antes de el enfriamiento.

20

25

A continuación se describirá en sus rasgos esenciales la marcha del trabajo en el procedimiento



162680

empleado.

5 La solución del material de partida en el
disolvente empleado según el invento se somete prime-
ro a un enfriamiento que debe realizarse lo mas depri-
sa posible. En este enfriamiento rápido, el asfalto
duro y las resinas de asfalto se separan en común con
la parafina y la ceresina. De este modo se evita, en
contraste con los procedimientos conocidos, la crista-
lización de la parafina. En efecto, la parafina, la
10 ceresina, el asfalto duro y las resinas asfálticas se
separan en común en forma esférica, lo cual facilita
mucho la filtración subsiguiente. En la torta de fil-
tro, que se compone de estas partículas de forma esféri-
ca, quedan lagunas que favorecen la filtración rápida y
fácil.
15

La separación de los aceites nafténicos y pa-
rafinicos se realiza con la correspondiente graduación
o regulación de las temperaturas de enfriamiento.
Cuanto mas baja sea la temperatura que tiene lugar
20 la separación, tanto más limpia y perfecta será ésta
entre las fracciones de aceite nafténicos y parafinicas.
Estas últimas se separan, en efecto, mediante un co-
rrespondiente enfriamiento, con la parafina o la cere-
sina.

25 Así, a un enfriamiento a unos -40° y filtra-
ción a esta temperatura, el filtrado se compone casi
exclusivamente de aceites nafténicos. En cambio los



162680

aceites parafínicos permanecen en la torta de filtro, que además de parafina y cerecina contiene el asfalto duro y las resinas de asfalto. La torta de filtro, sin fundirla ni disolverla, se mezcla con casi igual cantidad de disolvente nuevo. La mezcla resultante se vuelve a filtrar a temperatura mayor, por ejemplo a unos -20° . El filtrado contiene en forma bastante pura los aceites parafínicos. En la torta de filtro queda aún algo de aceite parafínico, el cual se lava prácticamente por completo de la torta de filtro con disolvente nuevo, por ejemplo, a unos 0° o a temperatura algo más elevada. El filtrado obtenido a unos 0° se elabora luego unido al filtrado obtenido con posterioridad. La torta de filtro ya lavada se reparte en ulteriores cantidades de disolvente nuevo, haciéndose esto a temperatura más alta, por ejemplo a $+25^{\circ}$ a $+35^{\circ}$, según la cantidad y el punto de fusión de la parafina cristalina contenida en la primera materia. La temperatura necesaria no rebasa en general el límite de $+35^{\circ}$. Luego se filtra y la torta de filtro se lava con disolvente nuevo, también a unos $+25^{\circ}$ a $+35^{\circ}$. El filtrado así obtenido se junta con el obtenido a 0° , y la cantidad total se enfría a la temperatura de 0° o menos. La parafina blanda cristalina que así sedimenta se separa por filtración y se lava con un disolvente enfriado a la misma temperatura. El filtrado así obtenida contiene la segunda parte de los

10



162680

aceites parafínicos. La ceresina bruta restante de la disolución antes descrita, practicada a $+25$ - $+35^{\circ}$, se elabora por separado. Esta ceresina bruta contiene, además de ceresinas verdaderas, cantidades mas o menos grandes de parafina dura, la máxima parte del asfalto duro y las resinas asfálticas existentes, así como disolvente absorbido.

La ceresina bruta se calienta y funde con el disolvente absorbido a unos $+60$ a 65° . Así las ceresinas se disuelven en el disolvente, y en cambio los asfaltos duros y las resinas asfálticas quedan sin disolver y pueden separarse en su máxima parte de la ceresina por filtración, centrifugación o sedimentación. La ceresina así purificada previamente puede someterse después a una purificación ulterior.

Los aceites nafténicos, que se obtienen casi puros en esta forma de trabajo, conservan invariable su bajo punto de congelación incluso después de practicada la refinación. El punto de congelación está a unos -30° o más bajo.

El punto de congelación del filtrado compuesto de aceites parafínicos está a -10° o más bajo, incluso después de la refinación.

En la realización práctica del procedimiento, la filtración completa y realizada rápidamente representa, como ya se ha dicho, un papel de importancia especial. La velocidad de filtración puede en



162680

5 muchos casos acelerarse añadiendo sustancias parafínicas o asfálticas. Con estas adiciones se puede influir favorablemente en la composición de la torta que resulta del filtrado, porque la parafina que en otro caso se separa en forma cristalina, con los demás componentes separados con ella (asfalto duro, resinas asfálticas, ceresina) toma una forma esférica que favorece la filtración rápida.

EJEMPLO:

10 Un residuo de aceite bruto de Lispe, aproximadamente al 30 %, de las siguientes propiedades:

Peso esp. a 15° 0.910

Viscosidad a 50° 5.77

Punto de inflamación (crisis abierto) 162°

15 Punto de solidificación +39°

se disuelve a + 45° en doble cantidad de un disolvente compuesto de:

10 % acetato metílico industrial

70 % acetato etílico industrial

20 20 % acetato butílico industrial

La solución se enfría a -30° con agitación vigorosa. La primera filtración se practica a esta temperatura, y las restantes a -15°, +5° y +35° y últimamente la ceresina se separa también del asfalto duro.

25 Se obtienen los siguientes productos finales:

1° - Aceite nafténico:

Peso específico a 15° 0.961



162680

	Viscosidad a 50°	6.2
	Punto de inflamación (crisol abierto)	160°
	Punto de solidificación	-35°
	Indice de viscosidad	+25°
5	<u>2º - Aceite parafínico:</u>	
	Peso esp. a 15°	0.904
	Viscosidad a 50°	8.26
	Punto de inflamación (crisol abierto)	172°
	Punto de solidificación	-17°
10	Indice de viscosidad	+86°
	<u>3º - Parafina blanda cristalina (impura):</u>	
	Peso esp. a 15°	0.836
	Punto de solidificación	+45°
	<u>4º - Ceresina (impura):</u>	
15	Peso esp. a 15°	0.861
	Punto de solidificación	+68°
	<u>5º - Asfalto duro:</u>	
	Peso esp. a 15°	1.061
	Punto de ablandamiento a mas de 100°	
20	Se obtienen pues, en números redondos:	
	Aceite nafténico	85 %
	Aceite parafínico	42 %
	Parafina blanda cristalina	6 %
	Ceresina dura	12 %
25	Asfalto duro y resinas asfálticas	5%.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Hungría el 25 de agosto de 1942, bajo el



162680

número C. 1857, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

-o- N O T A -o-

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

10 1º - Un procedimiento para elaborar o descomponer aceites brutos y sus residuos que contienen parafina y asfalto, empleando disolventes, caracterizado porque como disolventes se emplean mezclas de ésteres de ácidos grasos líquidos a la temperatura y a la presión ordinarias, que contienen por lo menos 50 % de ésteres ligeros, o sea éster metílico, etílico o ambos del ácido fórmico, o del ácido acético o de ambos, y a 15 lo sumo 50 % de ésteres "pesados", esto es, tanto desde el punto de vista del resto alcohólico como del resto ácido, ésteres más altos que los anteriores, pero con excepción del éster propílico del ácido fórmico, 20 del ácido acético o de ambos, o del éster metílico o



162680

etílico o propílico, o unos y otros, del ácido propiónico, que figuran entre los dos grupos, y con los cuales se pueden reemplazar en parte tanto los ésteres "ligeros" como los "pesados".

5

10

15

20

25

2º - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º., caracterizado porque la primera materia a elaborar se disuelve o se funde en la mezcla de disolventes a una temperatura que rebase su punto de congelación, luego se enfría en operación rápida a una temperatura de -10° a -40° y en todo caso mas baja, se separan por filtración los aceites nafténicos que permanecen líquidos de los componentes que sedimentan (o sea de la parafina, ceresina, asfalto duro, resinas asfálticas y las partes predominantes de los aceites parafínicos); la torta restante se mezcla con nueva mezcla de disolvente a una temperatura que rebase por lo menos en 10° la temperatura de la primera filtración, y se vuelve a filtrar para separar la máxima parte de los aceites parafínicos. La torta restante se distribuye una vez más en disolvente nuevo, y otra vez se filtra, pero esta vez a $+20^{\circ}$ a $+35^{\circ}$, el filtrado se enfría a 0° o a temperatura mas baja, se separa de las parafinas blandas cristalinas que sedimentan, las parafinas se lavan con disolventes enfriado para separarlas de los componentes de aceites parafínicos adheridos, y la solución de lavado se junta con la primera parte de los aceites parafínicos, y la ceresina restante después

10



162680

de la disolución de la parafina se elabora por separado.

3º - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º o 2º., caracterizado porque a la primera materia a elaborar se le mezclan adiciones que facilitan la filtrabilidad, o sea sustancias o residuos que contengan asfalto o parafina.

4º - Un procedimiento para la ulterior elaboración de la ceresina bruta obtenida según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque la ceresina bruta que contiene restos del disolvente se calienta y se funde a temperatura superior a su punto de solidificación, y luego la ceresina verdadera, así como las parafinas duras eventualmente existentes, se separan del asfalto y de las resinas asfálticas, por ejemplo, por filtración.

5º - Un procedimiento de elaborar aceites brutos, productos de los mismos y sus residuos, empleando disolventes.

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

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

Madrid, 10 AGOS. 1943

P. A.

Alberto de Elizaburu

Por Poder

Ch/