

BUENA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

175725

P.- 5.333.

File No. 2.770.-

Case 22.-



1948

175725

15 NOV. 1948

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INTRODUCCION

en

ESPAÑA

por DIEZ años

a nombre de UNION OIL COMPANY OF CALIFORNIA, entidad norteamericana, establecida en 617 West Seventh Street, Los Angeles, CALIFORNIA, ESTADOS UNIDOS DE AMERICA, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR CERA DE MEZCLAS  
"DE CERA Y ACEITE".-

El presente invento se refiere a la separación de cera y aceite de sus mezclas, tales como aceites cerosos y ceras oleosas. El invento se refiere también a un procedimiento para separar cera y aceite de mezclas de aceite y cera para producir aceites lubricantes de bajo pun-



75725

to de goteo y ceras exentas de aceite, de alto punto de fusión. El invento se refiere en particular a una mejora en los procedimientos de descerado que emplean reguladores de la cristalización.

5 En un procedimiento corriente para separar la cera de los aceites, el aceite se disuelve en un disolvente o mezcla de disolventes a una temperatura elevada y luego la solución se enfría a una temperatura lo suficientemente baja para efectuar la precipitación de la cera que, subsiguientemente, se separa por filtración, sedimentación o centrifugación. En ciertos casos, antes de su mezcla con el disolvente, se mezcla con el aceite una pequeña cantidad de un 10 auxiliar de separación de la cera o regulador de la cristalización. Este material también precipita con la cera. Los disolventes empleados son aquéllos que muestran una solubilidad preferente para el aceite con respecto a la cera 15 a la temperatura de descerado, tal como diversas mezclas de benzol y acetona, benzol y metil etil quetona, propano, nafta, etc. Estos disolventes son muy flúidos a bajas temperaturas y reducen la viscosidad del aceite en tal medida que 20 pueden utilizarse temperaturas muy bajas con el resultado de que los aceites descerados mediante este tipo de operación pueden tener puntos de goteo inferiores a  $-18^{\circ}\text{C}$ . Usualmente se realiza el lavado de la torta de cera sobre el filtro con nuevo disolvente frío. Sin embargo, el tipo de 25 estructura que toma la cera cuando precipita de los disolventes que se usan es tal que la torta de cera es muy voluminosa y porosa. Esto lleva a una rápida filtración pero



OV. 1946 175725

la torta retiene una gran cantidad de disolvente y aceite disuelto y su porosidad hace que se pueda lavar bien. No es raro que tortas de cera lavadas obtenidas en este tipo de operación contengan hasta un 60% o más de aceite. El peso del disolvente presente en la llamada torta seca es usualmente del doble al cuádruple del de la cera presente. Este tipo de operación de una torta de cera blanda que se agrieta, conduciendo este agrietamiento a rendimientos muy malos en el lavado.

Lo que antecede es especialmente cierto en la refinación de mezclas de aceite y cera que contienen ceras de alto punto de fusión, como en el caso de aceites destilados de gran viscosidad. Se ha observado que tales aceites forman precipitados más voluminosos que los que contienen ceras de bajo punto de fusión cuando pesos iguales de ambas ceras son cristalizados desde diluciones iguales en el mismo disolvente. Como resultado cuando un aceite que contiene cera de alto punto de fusión es descerado mediante los citados procedimientos de descerado con disolvente, el rendimiento en aceite descerado es menor que el obtenido descerando en el mismo disolvente y en la misma proporción de disolvente un aceite que contiene la misma cantidad de cera de bajo punto de fusión. La razón de ello es que la torta de cera más voluminosa obtenida a partir del aceite que contiene cera de alto punto de fusión, retiene un mayor porcentaje de la solución de aceite y disolvente que la torta de cera menos voluminosa obtenida partiendo del aceite que contiene la cera de bajo punto de fusión. Esta dife-



1946

175725

5 rencia en el rendimiento es especialmente notable en el  
descerado de refinados extraídos con disolvente en gran  
contenido de cera cuando los aceites han sufrido la ex-  
tracción de cualesquiera reguladores naturales de la  
cristalización por el procedimiento de extracción con  
disolvente.

Por consiguiente, con el fin de recuperar una  
cera exenta de aceite partiendo de la cera fofa así pro-  
ducida, es necesario someterla a un tratamiento ulterior.  
10 Uno de los métodos comunmente empleados para desaceitar  
tales ceras es el llamado procedimiento de exudación.  
Sin embargo, tales procedimientos son lentos e ineficaces  
para producir ceras de contenido de aceite extremadamente  
bajo. Otro método que ha sido sugerido es dispersar la  
15 cera en un disolvente adecuado que tenga un reducido po-  
der de disolución para la cera a la temperatura de opera-  
ción y separar luego la cera no disuelta del aceite y del  
disolvente. Ajustando debidamente la temperatura de dis-  
persión, es posible disolver en el disolvente aceite y ce-  
20 ras de bajo punto de fusión y efectuar así una separación  
de las ceras de alto punto de fusión. Cuando se ha rea-  
lizado la separación de la cera fofa del aceite original  
en presencia de un regulador de la cristalización, es nece-  
sario separar el regulador, ya antes del proceso de desa-  
25 ceitado o posteriormente al mismo, antes de que la cera  
sea enviada al mercado como cera incolora. Usualmente  
esto se lleva a cabo tratando la cera con ácido sulfúri-  
co, con arcilla o con ambos.



OV. 1946 175725

5 Así, en el procedimiento mencionado se ha observado que una porción considerable del aceite se pierde en las ceras de bajo punto de fusión que resultan de la etapa de desaceitado y que el auxiliar de filtro se pierde en el tratamiento con ácido sulfúrico, con arcilla o con ambos.

10 Se ha descubierto un procedimiento de descerar en el cual la cantidad de regulador de la cristalización a emplear en el proceso se reduce a la cantidad usada inicialmente al comenzar el proceso, y en el cual se pueden también recuperar como fracciones exentas de aceite las ceras de bajo punto de fusión. Se ha comprobado que  
15 si el desaceitado de la cera fofo se realiza con un disolvente y a una temperatura tales que la cera de bajo punto de fusión, el aceite y el regulador de cristalización sean solubles en el disolvente a la temperatura empleada, y si  
20 esta solución, ya conteniendo el disolvente, ya con el disolvente expulsado, se devuelve al ciclo en el material bruto a descerar y se somete de nuevo a descerado, se puede conseguir un ahorro, no sólo en la cantidad de regulador de cristalización utilizada en el proceso, sino que es posible recuperar las ceras de bajo punto de fusión como fracciones desaceitadas en la misma operación de desaceitado de las ceras de alto punto de fusión. También es posible  
25 obtener un mayor rendimiento en aceite de bajo punto de goteo en la misma operación. Así, la cantidad de regulador de cristalización se reducirá a la requerida para iniciar el proceso, cuya cantidad es recuperada por el disol-



175725

1946

5      vente de desaceitado y devuelto al ciclo a una nueva ten-  
da de materia a desecerar. El aceite de la cera fofa  
tratada en la operación de desaceitado también se re-  
cupera por el disolvente de desaceitado junto con ceras  
de bajo punto de fusión, cuyo aceite es recuperado co-  
mo aceite de bajo punto de goteo mediante su nuevo trata-  
miento en el proceso de descerado.

10      Se ha comprobado que es perfectamente factible  
desecerar aceite en condiciones en que la solubilidad de  
la cera es suficientemente baja para producir aceite de  
bajo punto de goteo, desecerar la cera fofa en condicio-  
nes en que una fracción de esta cera y también el regula-  
dor de cristalización son solubles en el filtrado y de-  
volver al ciclo este segundo filtrado a través del proce-  
15      so de descerado. El carácter factible de este procedimien-  
to puede ser explicado por los principios siguientes: En  
el descerado de mezclas de cera y aceite, el contenido en  
cera de la corriente del filtrado viene determinado úni-  
camente por las condiciones de la separación de la cera,  
20      es decir, temperatura y cantidad de diluyente o disolven-  
te empleado. La cera de bajo punto de fusión tiene, por  
ejemplo, a una temperatura dada, una cierta solubilidad  
en un disolvente dado. La cantidad de una fracción dada  
de cera presente en un filtrado dado no excederá, por su-  
25      puesto, las concentraciones de equilibrio de este filtra-  
do para esta fracción. Por consiguiente, puesto que las  
condiciones durante el proceso de desaceitado determinan  
únicamente la concentración de la cera de bajo punto de



15725  
D.V. 1946

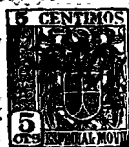
fusión en el filtrado devuelto al ciclo, el resultado sobre una serie de ciclos será necesariamente que el contenido de cera de bajo punto de fusión de la cera desaceitada resulta aumentado hasta que se llegue a un estado permanente, punto en el cual la concentración de la cera de bajo punto de fusión en la filtración de desaceitado llega a ser constante, y la cera producida por el desaceitado representa la totalidad de la escala de fracciones de cera presente en la carga original.

Expuesto de modo distinto, el desaceitado en la cera fofa para producir cera de alto punto de fusión lo es necesariamente con una cantidad tal de disolvente que se lleve a cabo la solución del aceite y de la cera de bajo punto de fusión sin saturación del disolvente con estos componentes. Si sólo se emplea una cantidad de disolvente tal que el mismo se sature completamente con estos componentes, cualquier exceso de los mismos en la cera fofa permanecerá con la cera de alto punto de fusión no disuelta. Puesto que el aceite es más soluble en el disolvente a la temperatura empleada, el resultado será que como entre el aceite y las ceras de bajo punto de fusión, el disolvente tendrá una solubilidad preferente para el aceite, disolviendo por ello la totalidad del aceite y tal cantidad de las ceras de bajo punto de fusión que el disolvente resultará saturado. El exceso de cera de bajo punto de fusión quedará como fracción insoluble con las ceras de alto punto de fusión. Como quiera que la repetida devolución al ciclo del filtrado de desaceitado el proceso de desceperado forma una concen-



V. 1946

tración en las ceras de bajo punto de fusión en la cera  
fofa, una cantidad dada de disolvente de desaceitado re-  
sultará necesariamente saturada con aceite y ceras de ba-  
jo punto de fusión después de una pluralidad de vueltas al  
5 ciclo, dejando el exceso de ceras de bajo punto de fusión  
que quedan sin disolver con las ceras de elevado punto  
de fusión aumentará progresivamente con cada devolución  
al ciclo del filtrado de desaceitado hasta que se llegue  
al equilibrio, momento en el cual la cantidad de ceras de  
10 bajo punto de fusión en el filtrado de desaceitado perma-  
nece constante y la cantidad de cera de bajo punto de fu-  
sión en la cera de elevado punto de fusión no disuelta  
permanece también constante y la última fracción represen-  
ta toda la escala de fracciones de cera presentes en el  
15 material primitivo a descerar. Sin embargo, la fracción  
de cera estará completamente desaceitada ya que el disol-  
vente tiene una solubilidad preferente para el aceite. La  
cantidad de aceite en la cera fofa que entra en el pro-  
ceso de desaceitado es más o menos constante de modo que,  
20 si se elige la debida cantidad del disolvente de desacei-  
tado, el mismo no resultará completamente saturado con  
aceite y, por consiguiente, al menos la totalidad del acei-  
te será separado de la cera fofa. La torta de cera desa-  
ceitada, a continuación de la etapa de desaceitado, puede  
25 dispersarse entonces de nuevo en disolvente adicional y  
filtrarse a una temperatura más elevada que la empleada en  
las operaciones de descerado o desaceitado con el fin de se-  
parar la cera desaceitada en fracciones de alto y bajo pun-



1946 15125

to de fusión.

Así, un objeto del presente invento es separar mezclas de cera y aceite en sus componentes esenciales, en forma muy sencilla y económica.

5 Otro objeto del invento reside en separar una mezcla de cera y aceite en cera substancialmente exenta de aceite, de elevado punto de fusión y aceite de bajo punto de goteo, virtualmente exento de cera.

10 Un objeto importante del invento es economizar en la cantidad de regulador de cristalización usada en el proceso y limitar la cantidad empleada a virtualmente la necesaria para iniciarlo.

15 Otro objeto del invento es recuperar una mayor cantidad del aceite de bajo punto de goteo presente en las mezclas de cera y aceite de lo que hasta ahora se ha recuperado en operaciones sencillas.

Otros objetos y detalles del invento serán evidentes por la descripción que sigue del mismo.

20 De acuerdo con el invento, el proceso de separar una mezcla de cera y aceite en sus constituyentes se realiza en dos fases operativas. En la primera se efectúa la separación de, substancialmente, la totalidad de la cera contenida en la mezcla cera-aceite produciendo de este modo un aceite de bajo punto de goteo. En la segunda  
25 fase se efectúa el desaceitado de la cera separada en la primera y se devuelve al ciclo a la primera fase la fracción de aceite resultante de tal desaceitado. En la primera fase se emplea un regulador de la cristalización que



175725  
OV. 1946

5 es soluble en el aceite y en el disolvente a la elevada temperatura anterior al enfriamiento para precipitar la cera, pero que precipita con la cera cuando la solución se enfría. En la segunda fase se emplea un disolvente de desaceitado que es capaz de disolver el regulador de cristalización y se utilizan condiciones de temperatura tales que el regulador de cristalización y una porción de ceras de bajo punto de fusión son disueltos en el disolvente y se devuelve esta mezcla con o sin el disolvente en  
10 ella contenido, a la primera fase.

La primera fase de descerado puede llevarse a cabo de acuerdo con cualquiera de los métodos que ahora se emplean para descerar aceites. Por ejemplo, se puede mezclar el material ceroso con una pequeña cantidad (0.5 a 2%)  
15 de regulador de cristalización a una temperatura suficientemente elevada para efectuar la solución del regulador de cristalización en el material ceroso y luego diluir el material ceroso con disolvente o diluyente suficiente para producir una pasta no viscosa que filtra rápidamente a la  
20 temperatura de descerado. Luego la solución se enfría a una temperatura lo suficientemente baja para cristalizar substancialmente la totalidad de la cera contenida en la mezcla y la pasta enfriada resultante se filtra, se centrifuga o se sedimenta en frío para separar la cera cristalizada del aceite y del disolvente. Es preferible lavar  
25 la torta de cera con otra cantidad de disolvente previamente enfriado a la temperatura de separación de la cera.



15125

1946

5 Como disolventes o diluyentes para esta fase del proceso, se pueden emplear hidrocarburos licuados normalmente gaseosos, tales como etano, etileno, propano, propileno, butano, iso-butano, butileno, o mezclas de los mismos; hidrocarburos normalmente líquidos, tales como pentano, hexano, etc., otros diluyentes licuados normalmente gaseosos, tales como éter metílico, cloruro de metilo, diclorodifluorometano, etc., gasolina de cabeza, nafta, acetona, ésteres, mezclas de bencol y acetona y mezclas de los citados. Los diluyentes normalmente gaseosos, además de diluir el aceite de modo que permiten la rápida filtración, tienen asimismo la deseada propiedad de enfriar el material ceroso cuando se evaporan de la solución a presión reducida.

15 Como reguladores de la cristalización se prefiere emplear aquéllos materiales que se disuelven en el material ceroso a elevadas temperaturas, pero que precipitan de la solución con la cera cuando aquélla se enfría a una temperatura suficientemente baja. También se prefiere emplear reguladores de la cristalización que sean disueltos por el disolvente empleado en la operación de desaceitado. Tales reguladores de la cristalización son asfalto, cera oxidada, productos de condensación de ceras cloradas con bencol, naftalina, u otras combinaciones aromáticas, pez de estearina, pez residual de "cracking", olefinas muy polimerizadas, tales como las que se obtienen por la polimerización drástica del iso-butileno, lanolina oxidada o no oxidada o mezclas de los reguladores de la cristalización arriba mencionados.

25 La segunda fase de la operación es sobre la cera



15125

fofo resultante de la primera fase de decerado, con el fin de separar el aceite de la misma. En esta segunda fase, es preferible calentar la cere fofo hasta una temperatura suficientemente elevada para disolver la cera en su aceite contenido y expulsar el disolvente asociado. La cera fundida es luego introducida en una columna de enfriamiento y de mezola la cual está provista de paletas y resacadores y va rodeada de una camisa de refrigeración. A continuación la cera fundida es enfriada lentamente a la temperatura atmosférica o inferior a ella mientras la mezola cera-aceite se mantiene fluida mediante agitación continuada. La mezola aceite-cera así enfriada se mezola luego o se dispersa con una pequeña cantidad de un mal disolvente de la cera, es decir, uno que tenga un poder disolvente bajo para la cera a la temperatura empleada. La pasta resultante se filtra luego y la torta de cera que se deposita en el elemento filtrante se lave con otra cantidad del disolvente.

Se ha comprobado que en tales condiciones operativas, el porcentaje mayor de cera se separa o cristaliza en forma de grandes y bien definidos cristales, libres de aceite. La subsiguiente adición del disolvente a la cera enfriada no altera la estructura cristalina ni disuelve cantidades apreciables de la cera cristalizada, y así se forma una pasta que filtra con mucha rapidez. También se forma sobre el filtro una torta compacta de cera que no se agrietará durante la filtración o durante el lavado con disolvente. La torta de cera contendrá menos del 1% de aceite



1948

1 15725

y será de color muy claro de modo que un tratamiento con 1% a 5% de arcilla de filtración a 176-204°C dará un producto comercial incoloro, no siendo necesario ningún tratamiento con ácidos.

5 Si el disolvente para la operación de desaceitado ha sido debidamente seleccionado y si la temperatura de desaceitado es lo suficientemente elevada para garantizar la solución de todo el aceite y de las ceras de bajo punto de fusión, el filtrado llevará también disuelto  
10 virtualmente la totalidad del regulador de cristalización empleado en la primera fase de desaceitado. Luego se expulsa de este filtrado el disolvente en él contenido y el filtrado exento de disolvente se mezcla con otra tanda de material ceroso a desacerar en la primera fase. Si  
15 el disolvente empleado en la etapa de desaceitado es similar al de la primera fase, el filtrado procedente de la etapa de desaceitado puede ser directamente enviado a la primera fase sin expulsar previamente el disolvente. Esto puede hacerse también cuando la primera fase de desacerado se  
20 lleva a cabo con disolventes mezclados y la etapa de desaceitado se efectúa con uno de los disolventes que forman el disolvente mixto.

En el caso de ceras fofas que son <sup>en</sup>extremo viscosas a temperaturas incluso superiores a 38°C de modo que  
25 es difícil continuar el enfriamiento con agitación a temperaturas atmosféricas o inferiores, es preferible mezclar una pequeña cantidad del disolvente no viscoso con la cera en un punto durante el enfriamiento cuando la masa resulta di-



fácil de agitar o incluso antes. El disolvente restante puede luego añadirse después de que la mezcla ha sido enfriada a la temperatura deseada. La cantidad de disolvente empleada dependerá, desde luego, de la viscosidad deseada de la pasta resultante. Es simplemente preciso usar una cantidad de disolvente para rebajar la viscosidad del aceite en medida suficiente para obtener una rápida filtración. Se ha comprobado que se puede usar tan poco como 0.25 a 0.75 de volumen de disolvente por volumen de la cera tratada para obtener una pasta que filtra fácilmente, aunque se ha empleado hasta 1.5 a 2.5 volúmenes de disolvente. Si se desea, para reducir la viscosidad de la cera puede usarse una fracción ligera de aceite de hidrocarburo, tal como aceite lubricante ligero o gas oil, de los cuales se sabe que la cera se separa en forma cristalina por enfriamiento. Esta mezcla puede hacerse antes del enfriamiento o después del enfriamiento parcial de la cera.

Como disolventes para la operación de desaceitado se pueden usar quetonas, tales como metil etil quetona, acetona, etc., alcoholes, tales como el butílico, el amílico, el proílico, etc., éteres, tales como el acetato etílico; éteres tales como el dietílico, el iso-propílico, etc.; hidrocarburos clorados, tales como el bicloruro de etileno, el tricloroetileno, etc. En ciertos casos en que han de tratarse mezclas de cera-aceite que contengan aceite de elevado índice de viscosidad, se puede emplear una mezcla de bencol o nafta o un disolvente aromático y cualquiera de los citados disolventes con el fin de obtener la



115125

1946

miscibilidad completa del aceite de la mezcla cera-aceite con los disolventes a la temperatura de operación.

Aunque es preferible realizar la operación de desaceitado en la forma citada, se comprenderá que puede hacerse uso de otros métodos de desaceitar que sean eficaces para separar las ceras de bajo punto de fusión, el aceite y el regulador de cristalización de la cera fofa. Estos pueden devolverse al ciclo al aceite a descerar. Por ejemplo, se puede disolver la cera fofa en un disolvente y luego enfriar la solución para cristalizar una parte de la cera de la solución para producir una pasta que se filtra después. El filtrado puede luego devolverse al ciclo a la fase de descerado y si se emplea el mismo disolvente para el desaceitado que para la operación de descerado, el filtrado puede hacerse pasar directamente a la fase de descerado. Sin embargo, en este proceso la separación del aceite de la cera fofa no es tan completa como en el método arriba descrito, ya que la formación de cristales no es del tipo deseado y también porque la cera se agrieta malamente durante la filtración, durante el lavado o durante ambas operaciones. Sin embargo, tales métodos de tratar la cera fofa son empleados y el invento consiste en un perfeccionamiento introducido en los mismos.

El método operativo del invento podrá quizás entenderse mejor haciendo referencia a la siguiente descripción del dibujo. En relación con éste, un material ceroso, por ejemplo, un refinado derivado de la extracción selectiva con disolventes de un destilado ceroso S.A.E.



1 15725

1946

50 producido por la destilación al vacío de petróleo bruto de los pozos de Santa Fe, o el mismo destilado crudo, u otros destilados crudos o refinados obtenidos a partir de aceites crudos cerosos o un residuo bruto de petróleo que contenga cera, es retirado del tanque 1 mediante el tubo 2, controlado por la válvula 3, y es enviado por la bomba 4 al tubo 5 en el cual, mediante el tubo 6 controlado por la válvula 7 es introducida una pequeña cantidad, por ejemplo, 1% de un regulador de la cristalización, tal como cera oxidada o asfalto. Luego se hace pasar la mezcla a través del mezclador 8 donde el auxiliar de filtración se disuelve por completo a elevada temperatura y luego pasa al tubo 9 donde se mezcla con disolvente; por ejemplo, propano licuado a presión retirado del tanque 10 mediante el tubo 11 controlado por la válvula 12 y enviado por la bomba 14 a través del tubo 15 al tubo 9. Luego la solución de propano y aceite se hace pasar a presión al enfriador 16 donde es enfriada hasta una temperatura lo suficientemente baja para cristalizar substancialmente la totalidad de la cera contenida en la solución. El enfriamiento puede conseguirse abriendo la válvula 18 del tubo 17 y lo cual reduce la presión en el enfriador y deja que una parte del propano se vaporice. Reduciendo la presión al valor atmosférico, pueden obtenerse temperaturas tan bajas como de  $-40^{\circ}\text{C}$  en el lodo resultante en el enfriador. Es preferible reducir la presión gradualmente durante el enfriamiento de modo que la velocidad de éste no sea apreciablemente mayor de 1.6 o  $2.2^{\circ}\text{C}$  por minuto. El propano



1 15725

1946

vaporizado de la solución pasa por el tubo 17 y la válvula 18 al lado de aspiración del compresor 19 en el que los gases son comprimidos y enviados al tubo 20 y al condensador 21 en el que el propano se condensa. El propano condensado es devuelto al tanque de almacenaje 10 por el tubo 22.

Cuando en el enfriador se alcanza una temperatura de  $-18$  a  $-40^{\circ}\text{C}$ , la pasta resultante se retira por el tubo 23 controlado por la válvula 24 y es enviado por la bomba 25 al filtro 26 donde la cera en suspensión en la pasta se separa del aceite y del propano. El filtrado se hace pasar por el tubo 27 a través de un calentador 28 donde la temperatura es aumentada para permitir la evaporación del propano del aceite y la mezcla caliente se envía mediante el tubo 29 al evaporador 30 provisto de un serpentín calentador cerrado 31 y un extractor de niebla 32 donde el propano es evaporado del aceite descerado. Este es retirado por el tubo 33 controlado por la válvula 34 y es enviado por la bomba 35 a través del tubo 36 al tanque de almacenaje 37.

La cera del filtro 26 es retirada mediante el tubo 38 controlado por la válvula 39 y es enviada mediante la bomba 40 a través del tubo 41, calentador 42 y tubo 43 al evaporador 44 provisto del serpentín de calentamiento cerrado 45 y del extractor de niebla 46 donde el propano es separado de la cera. El propano evaporado en el evaporador 30 es retirado por el tubo 47, controlado por la válvula 48, y el evaporado en el evaporador 44 es retira-



175725

1946

rado por el tubo 49 controlado por la válvula 50 y los vapores de propano son comprimidos en el compresor 19, condensados en el condensador 21 y devueltos al tanque de almacenaje 10.

5 La cera fofa fundida es retirada del fondo del evaporador 44 mediante el tubo 51 controlado por la válvula 52 y es enviada por la bomba 53 a través del tubo 54 a la columna enfriadora y mezcladora 55, la cual está provista de una camisa 56 en la cual puede introducirse un líquido refrigerante para enfriar la mezcla cera-aceite, mediante el tubo 57 y retirarse por el tubo 58. La columna 55 está también provista de paletas agitadoras y rascadores 59 sobre el árbol 60 que es puesto en rotación por la polea 61 relacionada con una fuente adecuada de energía, 15 que no se representa. La mezcla fundida cera-aceite se enfría gradualmente en la columna 55 hasta la temperatura deseada mientras es constantemente agitada por las paletas agitadoras y rascadores. La agitación se lleva a cabo muy lentamente en medida meramente suficiente para impedir que 20 las mezclas cera-aceite sedimenten en forma de masa sólida no fluida.

25 Cuando ha sido alcanzada la temperatura deseada en la mezcla cera-aceite, un mal disolvente de la cera, tal como metil etil quetona, u otros malos disolventes de la cera de los que aquí se mencionan, se añade a la mezcla cera-aceite con el fin de producir una pasta que filtre con rapidez. Tales disolventes pueden mezclarse con la mezcla enfriada cera-aceite en la columna 55 y son retirados del



175725

1946

tanque de almacenaje 62 mediante el tubo 63 controlado por la válvula 64 y enviados por la bomba 65 a través del tubo 66 y del enfriador 67 y el tubo 68, controlado por la válvula 69 y el tubo 70, a la columna. El disolvente se enfría preferiblemente a la temperatura que reina en la columna o a una temperatura inferior con el fin de impedir la nueva disolución de la cera cristalizada. Si se desea, una parte del disolvente pueda añadirse a la mezcla cera-aceite antes del enfriamiento de ésta a la temperatura final de filtración.

Una vez que el disolvente se ha añadido a la mezcla enfriada cera-aceite, que contiene la deseada cera cristalizada, la pasta resultante es retirada del fondo de la columna por el tubo 71 controlado por la válvula 72 y es enviada por la bomba 73 a través del tubo 74 al filtro 75 donde la cera suspendida en la pasta por el enfriamiento es separada de la solución. La solución no se hace pasar luego por el tubo 76, el calentador 77 y el tubo 78 el evaporador 79, provisto del serpentín calentador cerrado 80 y el extractor de niebla 81.

La cera separada en el filtro 75 es retirada mediante el tubo 82 controlada por la válvula 83 y es enviada por la bomba 84 a través del calentador 85 y del tubo 86 al evaporador 87 provisto del serpentín calentador cerrado 88 y extractor de niebla 89. La cera libre de disolvente es retirada del evaporador mediante el tubo 90 controlado por la válvula 91 y es enviada por la bomba 92 a través del tubo 93 al tanque de almacenaje 94. Esta cera puede ser fraccionada en cera de punto de fusión relativamente ba-



15725

1948

jo y cera de punto de fusión relativamente alto en el fraccionador 95 en la forma explicada anteriormente.

5 Antes de la separación de la torte de cera que se deposita en el elemento filtrante del filtro 75, es preferible llevarla con una pequeña cantidad del mismo disolvente del tanque 62. El disolvente puede hacerse pasar al filtro por el tubo 68' controlado por la válvula 69' y el tubo 74. El disolvente que contiene los constituyentes lavados de la torte del filtro puede también hacerse pasar al evaporador 79.

10 Los vapores de disolvente procedentes del evaporador 87 se hacen pasar al tubo 95 controlado por la válvula 96 y los del evaporador 79 se hacen pasar al tubo 97 controlado por la válvula 98. Estos se hacen pasar luego a través del tubo 99 del condensador 100 y 101 al tanque de disolvente 62.

15 La cera de bajo punto de fusión, el aceite y el auxiliar de filtración se retiran del fondo del evaporador 79 mediante el tubo 102 controlado por la válvula 103 y son enviados por la bomba 104 al tubo 105, controlado por la válvula 106, siendo devueltos al ciclo al tubo 2 o al tanque 1, para su mezcla con el material a descocer. Si se desea, una parte o la totalidad de este fracción de cera puede hacerse <sup>pasar</sup> al tanque de almacenaje 107 por el tubo 108 controlado por la válvula 109.

20 Se observará que en la anterior descripción del dibujo se han mostrado sólo piezas individuales de aparatos para llevar a cabo el procedimiento. Ha de entenderse



115725

5 que, donde sea necesario, pueden disponerse equipo duplicado, por ejemplo, la columna enfriadora y mezcladora, o el enfriador o el filtro, etc. el cual puede ser hecho funcionar alternativamente de modo que el proceso pueda realizarse de un modo más o menos continuo.

10 Se somete el siguiente ejemplo como específico del procedimiento que forma el objeto del invento. Ha de entenderse, sin embargo, que el mismo no ha de considerarse como limitativo del invento, sino simplemente como representativo de un ejemplo típico del mismo.

15 Un destilado bruto de aceite lubricante obtenido por la destilación al vacío de petróleo crudo de los pozos de Santa Fe, se sometió a extracción con unos 3 volúmenes de fenol a una temperatura de 82°C. El refinado resultante de tal extracción tenía un peso específico A.P.I. de 31.5<sup>o</sup>, una viscosidad de 65 segundos Salbolt Universal a 99<sup>o</sup> C, un punto de goteo de 44°C y un contenido aproximado de cera de 23%. El refinado ceroso se mezcló con, aproximadamente, 1.5% de cera oxidada a una temperatura de aproximadamente 120°C. La mezcla resultante se mezcló luego aproximadamente 3 volúmenes de propano líquido a una temperatura de unos 50°C y a una presión de unos 17.5 Kgs/cm<sup>2</sup>. La solución resultante se enfrió luego de modo gradual a unos 20 -40°C con lo cual substancialmente toda la cera contenida en el aceite fue cristalizada en la solución. El enfriamiento se llevó a cabo reduciendo gradualmente la presión sobre la solución y evaporando propano de modo que se obtuvo una velocidad de enfriamiento de aproximadamente 1.6°C o 2.2°C por 25 minuto. Se añadió propano complementario continuamente du-



1 15725  
1946

rente el enfriamiento a fin de mantener una proporción de unos 3 volúmenes de propano por uno del aceite.

5 El lodo enfriado resultante se filtró luego bajo una presión diferencial de unos 4.2 Kgs, por  $\text{cm}^2$  para separar la cera precipitada que estaba compuesta de ceras de alto y de bajo punto de fusión y el regulador de cristalización de cera oxidada. El filtrado y la cera fofa separada se liberaron luego de propano.

10 La cera exenta de propano que contenía el auxiliar de filtración a una temperatura de unos  $65^{\circ}\text{C}$  se colocó luego en la columna enfriadora y mezcladora provista de paletas agitadoras y rascadores y con una camisa a través de la cual se hizo circular agua a unos  $65^{\circ}\text{C}$ . La temperatura del agua de circulación se rebajó luego lentamente para enfriar la cera fundida en una proporción de  
15 unos  $4^{\circ}\text{C}$  por hora hasta que se llegó a una temperatura de unos  $18^{\circ}\text{C}$ . Durante el enfriamiento, la cera fué continuamente agitada. Como 0.1 volumen de metil etil quetona se añadió a la cera durante el enfriamiento hasta los  $18^{\circ}\text{C}$ .  
20 Al terminarse el enfriamiento se añadió otra cantidad de metil etil quetona para hacer ascender el volumen total a aproximadamente el de la carga de cera. Después de continuar la agitación durante unos veinte minutos, se filtró el lodo. La torta de cera resultante se lavó con aproximadamente 0.5 volúmenes del disolvente, añadiéndose al filtrado  
25 el disolvente aceitoso de lavado.

El filtrado y el disolvente de lavado combinados se destilaron para separar el disolvente y la cantidad total



175125

1946

5 del aceite libre del disolvente, del auxiliar de filtración y de la cera de bajo punto de fusión contenida en el filtrado se devolvieron al ciclo a la tanda siguiente de refinado a cargar en la operación de descerado con propano. Las citadas operaciones se repitieron siete veces, es decir, el filtrado resultante del tratamiento de desaceitado de la cera fofa separada del refinado se devolvió al ciclo siete veces, después de haber sido libertado de disolvente, a una nueva tanda de refinado a descerar.

10 Al terminarse el ensayo, el filtrado libertado de propano procedente de la operación de descerado era un aceite lubricante de calidad S.A.E. 50 con un punto de goteo de  $-24^{\circ}\text{C}$  y peso específico A.P.I. de  $30.4^{\circ}$ , una viscosidad de 69 segundos Saybolt Universal a  $99^{\circ}\text{C}$  y fué recuperado con un rendimiento de aproximadamente 77%. La proporción media de filtración para todas las tandas de propano, refinado y mezola devuelta al ciclo fué de aproximadamente 18 litros por  $900\text{ cm}^2$  de superficie filtrante por hora. Se empleó aproximadamente 0.1% de regulador de cristalización de cera oxidada, referido a la carga total de refinado descerado en presencia de propano.

15  
20  
25 Las ceras desaceitadas combinadas recuperadas de la operación de desaceitado de la cera fofa se trataron con aproximadamente 3% de arcilla filtrante a  $204^{\circ}\text{C}$ , lo cual dió por resultado una cera incolora con un punto de fusión de  $67^{\circ}\text{C}$  (Galitzia). La filtración para todas las tandas de cera fofa tratadas fué muy rápida, a una propor-



115/25

NOV. 1946

ción de 37 litros por 900 cm<sup>2</sup> de superficie filtrante y hora, referida a la cera fofa exenta de disolvente. Se obtuvo un rendimiento de aproximadamente 23% de la cera exenta de aceite, quedando en el filtrado resultado de la  
5 última operación de desaceitado la parte restante de la cera y aceite contenidos en el refinado. No hubo tendencia a que la torta se agrietara al lavarla sobre el filtro. En otras operaciones de desaceitado se observó que la cera desaceitada procedente de la primera tanda de cera fofa era  
10 de punto de fusión más elevado que la cera producida procedente de la última tanda de cera fofa y que el punto de fusión de las ceras desaceitadas procedentes de tandas subsiguientes de cera fofa era inferior al de las tandas precedentes. Sin embargo, los puntos de fusión de las ceras  
15 desaceitadas procedentes de las tandas de ceras fofas subsiguientes a la cuarta tanda fueron constantes. La razón de esta variación en los puntos de fusión, como arriba se ha explicado, se debía a la vuelta al ciclo de las ceras de bajo punto de fusión junto con aceite y regulador de la  
20 cristalización a las tandas subsiguientes de refinado y que, por consiguiente, la operación subsiguiente de desaceitado sólo era eficaz para disolver únicamente tal cantidad de las ceras de bajo punto de fusión que saturara la solución de disolvente y aceite. Cuando se alcanzaron concentraciones de equilibrio de la solución para la fracción de cera  
25 de bajo punto de fusión, la proporción de ceras de bajo punto de fusión en la torta de cera desaceitada resultó ser uniforme y que la cera producida representaba toda la escala de



1946 175725

fracciones de cera presentes en la carga original.

5 Luego, la cera desaceitada se sometió a fraccionamiento para separar en fracciones de cera de alto y de bajo punto de fusión por dispersión en, aproximadamente, dos volúmenes de metil etil quetona a una temperatura de unos 44°C y filtrando la mezcla. El filtrado y la torta de cera fueron libertados de disolvente. Del filtrado se obtuvo una cera que fundía a 50°C, en cantidad que representaba el 30% de la cera tratada. La torta de cera del filtro dio una cera que fundía a 65°C.

10 La descripción específica anterior del invento no ha de considerarse como limitativa, ya que por los profesionales pueden introducirse muchas variaciones dentro del marco de las reivindicaciones ajenas sin rebasar por  
15 ello su espíritu.

- o - N O T A - o -

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Introducción en España por DIEZ años, son los siguientes:

20 1º.- Un procedimiento para separar cera de mezclas de cera y aceite, que comprende: disolver la mezcla



1 75725  
1946

5  
10  
15  
20

cera-aceite en un diluyente; enfriar la solución de la mezcla cera-aceite y diluyente hasta una temperatura lo suficientemente baja para cristalizar sustancialmente la totalidad de la cera contenida; separar la solución de aceite y diluyente de la cera cristalizada; separar el diluyente de la solución y producir de este modo un aceite de bajo punto de goteo; calentar la cera separada hasta una temperatura lo suficientemente elevada para separar el diluyente y fundir dicha cera; enfriar dicha cera fundida en proporción lenta y con agitación continua y en ausencia virtual de disolvente hasta una temperatura suficientemente baja para cristalizar la cera de alto punto de fusión; mezclar dicha cera enfriada con un disolvente que tenga poco poder solubilizante para la cera cristalizada a la temperatura restante, pero capaz de disolver aceite y cera de bajo punto de fusión; separar la solución de aceite y de cera de bajo punto de fusión de la cera de elevado punto de fusión y devolver dicho aceite y dicha cera de bajo punto de fusión a la mezcla de cera y aceite a descoser de acuerdo con dichas etapas de descosado mencionadas en primer lugar.

25

2º.- Un procedimiento para separar cera de mezclas de cera y aceite, que comprende: disolver la mezcla de cera y aceite y un regulador de la cristalización en un diluyente; enfriar la solución de mezcla de cera y aceite, regulador de la cristalización y diluyente a una temperatura suficientemente baja para cristalizar substancialmente la totalidad de la cera y regulador de la cristalización contenidos; separar la solución de aceite y diluyente de la cera



175725

1946

y regulador de la cristalización cristalizados; extraer el diluyente de la solución y producir así un aceite de bajo punto de goteo; calentar la cera y el regulador de cristalización separadas hasta una temperatura lo suficientemente elevada para extraer el diluyente y fundir dicha cera; enfriar dicha cera fundida en proporción lenta y con agitación continua y en ausencia virtual de disolvente hasta una temperatura suficientemente baja para cristalizar la cera de elevado punto de fusión; mezclar dicha cera enfriada con un disolvente que posea un reducido poder disolvente para la cera cristalizada a la temperatura reinante, pero capaz de disolver aceite, regulador de la cristalización y cera de bajo punto de fusión; separar la solución de aceite, regulador de la cristalización y cera de bajo punto de fusión de la cera de alto punto de fusión y devolver dicho aceite, dicho regulador de la cristalización y dicha cera de bajo punto de fusión a la mezcla de cera y aceite a descender de acuerdo con las citadas etapas de descendero primeramente mencionadas.

3º.- Un procedimiento para separar cera de mezclas de cera y aceite, que comprende; enfriar la mezcla de cera y aceite para cristalizar la cera; separar del aceite la cera cristalizada; calentar la cera separada hasta una temperatura suficientemente elevada para fundir dicha cera; enfriar dicha cera fundida en proporción lenta y con agitación continua hasta una temperatura lo suficientemente baja para cristalizar la cera de elevado punto de fusión; mezclar dicha cera enfriada con un disolvente que tenga un



175725

1946

reducido poder disolvente para la cera cristalizada a la temperatura dominante, pero capaz de disolver aceite y cera de bajo punto de fusión; separar la solución de aceite y cera de bajo punto de fusión de la cera de alto punto de fusión y devolver dicho aceite y dicha cera de bajo punto de fusión a la mezcla de cera y aceite a desecar de acuerdo con dichas etapas de desecado mencionadas en primer lugar.

4<sup>a</sup>.- Un procedimiento para separar cera de mezclas de cera y aceite, que comprende: enfriar dicho aceite que contiene cera hasta una temperatura suficientemente baja para cristalizar virtualmente toda la cera contenida; separar el aceite de la cera cristalizada; calentar la cera separada hasta una temperatura suficientemente alta para fundir dicha cera; enfriar dicha cera fundida en proporción lenta y con agitación continua y en ausencia virtual de disolvente hasta una temperatura suficientemente baja para cristalizar la cera de elevado punto de fusión; mezclar dicha cera enfriada con un disolvente que tenga un reducido poder de disolución para la cera cristalizada a la temperatura restante, pero capaz de disolver aceite y cera de bajo punto de fusión; separar la solución de aceite y cera de bajo punto de fusión de la cera de alto punto de fusión y devolver dicho aceite y cera de bajo punto de fusión a la mezcla de cera y aceite a desecar de acuerdo con dichas etapas de desecado mencionadas en primer lugar.

5<sup>a</sup>.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 4<sup>a</sup>, en el cual dicha cera de elevado punto de fusión es



1946

75725

fraccionada en caras de puntos de fusión relativamente bajo y relativamente elevado.

6º.- Un procedimiento para separar cera de mezclas de cera y aceites

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

Entre líneas "en" y "pasar", valen.

10 Esta Memoria consta de veintinueve hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 15 NOV. 1946

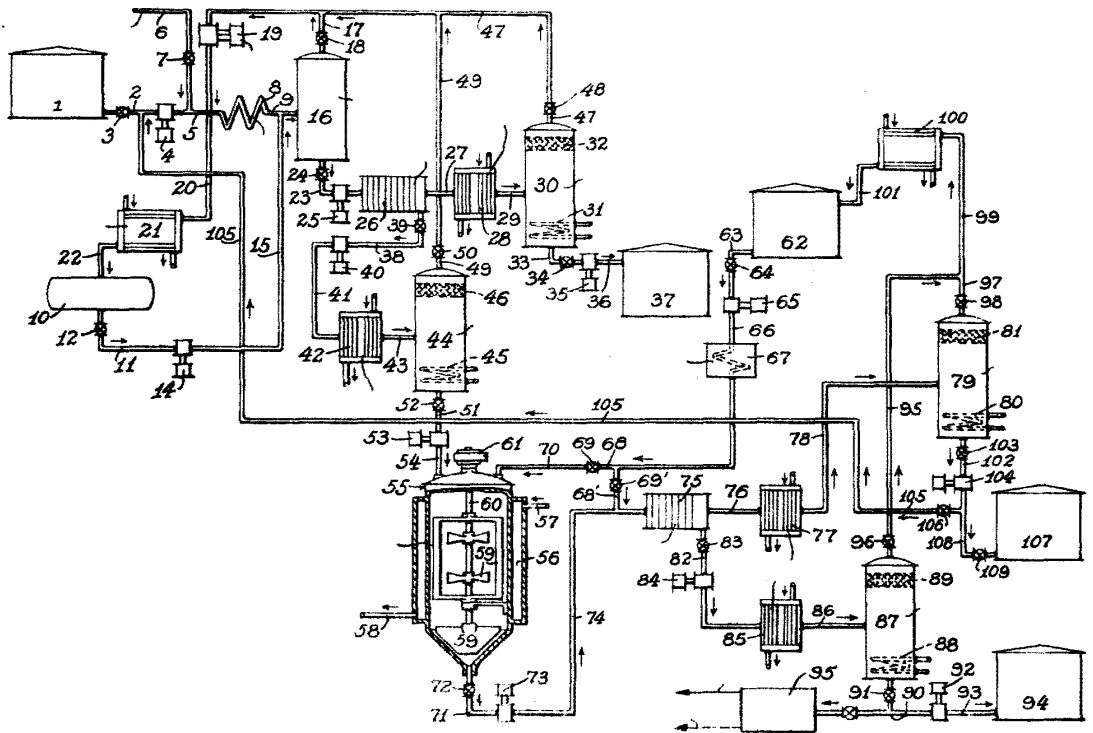
P. A.

Alberto de Elzaburu

Por Dada

1.15.20

ESCALA VARIABLE.- UNION OIL COMPANY OF CALIFORNIA.- 1/1.-



I.- A.-  
Alberto de Elzebrun

