



180174

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña
a la solicitud de

UNA PATENTE DE INVENCION, por veinte años en ESPAÑA

a favor de

AKTIEBOLAGET SEPARATOR-NOBEL, residente en ESTOCOLMO
(Suecia).-

por

«UN METODO PARA PRODUCIR DEL ASBITO DE PIZARRA ACEBITES
ESTABLES, ESPECIALMENTE ACEBITE PARA TRANSFORMADORES,
ACEBITE PARA TURBINAS Y ACEBITE LUBRIFICANTE».

Inventor:

Se reivindica la prioridad de la solicitud sueca del
15 de diciembre de 1.943, Pat. 114.409.

186174



5 Se sabe que los aceites obtenidos a base de pizarra (esquistos) y por varios métodos, contienen fracciones desde la gasolina hasta los aceites lubricantes más pesados. Dichas fracciones de aceite pueden ser separadas por destilación atmosférica o de vacío, o por otros métodos, y ser refinados a continuación con arreglo a procedimientos conocidos.

10 La diferencia entre aceite de pizarra y aceite de petróleo se pone en evidencia al refinarse dichos productos con arreglo a los métodos conocidos. Por ejemplo, cuando se refina fracciones de aceite de petróleo con ácido sulfúrico, según el método clásico, las pérdidas sufridas son considerables; en cambio, al aplicar el mismo procedimiento a las correspondientes fracciones de aceite de pizarra, se producen pérdidas tan importantes que dicho método resulta prohibitivo en la fabricación de aceites de alto grado de aceites de pizarra. Se ha propuesto, por consiguiente, someter el aceite de pizarra a un procedimiento de extracción por solvente selectivo, tal como se aplica convenientemente en el curso de refinación de aceite de petróleo. Se ha comprobado, sin embargo, que los solventes selectivos de extracción, usados generalmente con los aceites de petróleo no se pueden emplear en la refinación de aceites de pizarra. Por lo tanto, solventes selectivos de refinación tales como el fenol, creosol, nitrobenzol, éter de dicloroetil β - β , crotonaldehído, piridina, benzol-retanol, duosol, etc., no se pueden utilizar para refinar aceites de pizarra, sea porque no se produce ninguna separación de los diferentes grupos de hidrocarburos, sea porque las temperaturas de separación son tan bajas, a veces de menos de -35° C, que la refinación económica a una escala comercial resulta imposible.

30 Se ha descubierto, sin embargo, que se puede obtener aceite de alto grado de las fracciones de aceite de pizarra

180174



35

dividiendo el proceso de refinamiento en varias etapas, empleando diferentes agentes de refinamiento para las distintas etapas. Durante la primera etapa el aceite es extraído por medio de un agente de extracción apropiado para separar los hidrocarburos pobres en hidrógeno de los que son más ricos en hidrógeno y el producto refinado así conseguido se vuelve a refinar, preferentemente en dos fases, utilizándose agentes de un efecto polimerizador y/o condensador y de preferencia también agentes absorbentes.

40

45

Con agentes de extracción selectiva se pueden emplear ventajosamente compuestos orgánicos cuya molécula contiene un anillo quíntuple heterocíclico tal como furfural, alcohol furfurílico, derivados de furán hidrogenado, por ejemplo alcohol de tetrahidrofurfuril y sus sustitutos.

50

Como agentes adecuados de propiedades polimerizadoras y condensadoras respectivamente, se pueden citar el ácido sulfúrico, en particular el oleosulfúrico, cloruro de aluminio, ferrocloruro, borfluoride, ácido hidrofúrico, ácido clorhídrico, aluminio activado sólo o en combinación con ácido clorhídrico, etc. y alternativamente galactita, sílica gel, carbón activado, hidróxido de aluminio, etc.

55

El proceso, por lo tanto, comprende las siguientes etapas:

60

1) Extracción multifásica mediante un solvente selectivo adecuado, en varias fases subsiguientes o por contra-corriente. El producto refinado y el extracto se libran del solvente mediante destilación, o de tratarse de un solvente soluble en agua, lavando con agua a una temperatura adecuada, apartando a continuación el agua del solvente por métodos conocidos, tales como enfriamiento, destilación azeotrópica, etc.

2) Tratamiento del producto destilado refinado con ácido

180174



65 sulfúrico o, preferentemente, oleosulfúrico, en una o varias fases.

3) Tratamiento con un agente polimerizador, preferentemente con cloruro de aluminio.

4) Tratamiento final con galactita.

70 Se ha comprobado que en algunos casos es preferible llevar a cabo el tratamiento, por ejemplo, con cloruro de aluminio, antes del tratamiento con oleo, es decir invirtiendo la etapas 2) y 3). En otros casos puede ser conveniente tratar el producto refinado obtenido en la etapa 1) únicamente con oleo o cloruro de aluminio, eliminando sea la etapa 2) o bien la etapa 3), y a continuación con galactita (etapa 4). También puede ser conveniente agregar al producto refinado terminado un agente antioxidante tal como el α -naftilamin, ácido meléico aldehído, mesitol, productos sustitutos del fenol etc.

80 El procedimiento anterior puede aplicarse asimismo al aceite de pizarra hidrogenado o a las mezclas de aceite de pizarra y de aceite de otra procedencia, por ejemplo fracciones de aceite de petróleo, aceite de alquitrán obtenido de turba o madera, etc.

85 La extracción selectiva con los agentes de extracción antes citados debe llevarse a cabo a temperaturas relativamente bajas; durante la primera etapa a -10°C , durante la segunda etapa a 0°C . y durante las etapas siguientes $+10$, $+20$, y $+30^{\circ}\text{C}$, respectivamente. Se ha descubierto, sin embargo que agregando 0,1 a 9, preferentemente de 3 a 6% de agua, la extracción puede llevarse a cabo a temperaturas más elevadas, con lo cual el método resulte bastante más sencillo y más económico. Después de haber agregado 3% de agua al mismo agente de extracción, se consigue el mismo efecto respecto a rendimiento y calidad del producto refinado a tem-

90

95



100 peraturas de extracción de +20 en la etapa primera y +30 a +40°C en las etapas siguientes. El enfriamiento artificial hasta -10°C y 0°C es innecesario, si se emplea un agente de extracción conteniendo agua. Añadiendo un 6% de agua, la temperatura en las distintas etapas puede elevarse en otro 10°C.

105 Según se ha podido observar, resulta ventajoso mezclar el aceite y el agente de extracción a una temperatura casi igual (bastante baja) a aquella en presencia de la cual el producto refinado debe ser separado del extracto. A causa de la mayor viscosidad, debida a la baja de la temperatura, los agentes deben ser mezclados con mayor intensidad. Esto puede efectuarse en una torre de extracción o agitándolos en un recipiente mezclador (turbomezclador), o bien haciéndolos circular mediante una bomba. De esta suerte el rendimiento de producto refinado aumenta considerablemente, a la vez que su color mejora substancialmente, pudiendo reducirse bastante la cantidad de galactita en el tratamiento ulterior.

115 Otra característica del invento consiste en que el producto refinado selectivo, antes de su tratamiento con cloruro de aluminio y otros agentes polimerizadores, puede ser tratado con cloro libre, obtenido de soluciones de cloro en solventes tales como tetracloro de carbono o de agentes que rinden cloro, tales como la hiperclorita de sodio. El cloro puede ser sustituido por otro halógeno. Con este método el consumo de, por ejemplo, cloruro de aluminio, puede reducirse hasta en un 90%.

125 En ciertos casos la estabilidad del producto refinado puede aumentarse, agregando pequeñas cantidades de extracto selectivo ligeramente refinado. Sabido es que ciertos agentes antioxidantes naturales, contenidos en la mayoría de los aceites vírgenes, se apartan mediante procesos de extracción y se concentran en el extracto. Mediante una ligera refinación de

180174



1300

dicho extracto dichos agentes antioxidantes naturales se pueden obtener en forma todavía más concentrada.

135

Hecha la descripción precedente es preciso añadir que, los detalles de realización de la idea expuesta pueden variar, sin que por éllo cambie la esencia de la invención, que es la que se desprende de los párrafos que anteceden y la que se reivindica en la siguiente

N O T A

140

En resumen, la Patente de Invención que se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

145

1ª - Un método para producir del aceite de pizarra aceites estables, especialmente aceite para transformadores, aceite para turbinas y aceite lubricante, mediante refinación en tres o más etapas subsiguientes, comprendiendo la primera etapa la extracción selectiva con un compuesto orgánico, en cuya molécula está contenido un anillo quintuple heterocíclico, mientras que las otras etapas comprenden el tratamiento con agentes de un efecto polimerizador y/o condensador, caracterizado porque se utilizan como agentes de extracción furfural, alcohol furfurílico, derivados de furán hidratado, por ejemplo alcohol de tetrahidrofurfuril y sus sustitutos, con aditamento de agua.

150

155

2ª - Un método según la reivindicación primera, caracterizado porque la cantidad de agua agregada al agente de extracción es de 0,1 a 9,0, preferentemente entre 3 y 6 por ciento.

160

3ª - Un método según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el aceite y el agente de extracción se mezclan a una temperatura casi igual a la temperatura de separación.

4ª - Un método, según las reivindicaciones 1, 2 ó 3,



caracterizado porque el producto refinado se trata con compues-
tos que rinden halógeno, antes de someterlo al proceso de po-
limerización.

165

5ª - Un método, según las reivindicaciones 1, 2, 3,
ó 4, caracterizado porque pequeñas cantidades de un extrac-
to ligeramente refinado, se añaden al aceite refinado.

170

6ª - Se caracteriza, por último, como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
"UN METODO PARA PRODUCIR DEL ACEITE DE PIZARRA ACEITES ESTA-
BLES, ESPECIALMENTE ACEITE PARA TRANSFORMADORES, ACEITE PARA
TURBINAS Y ACEITE LUBRIFICANTE".

Todo conforme queda descrito en la presente memoria,
que consta de siete páginas escritas a máquina.

Madrid, 18 de octubre de 1.947

Alfonso Ungria

A handwritten signature in dark ink, appearing to be "Alfonso Ungria", written over the typed name.

EN LA REPRODUCCION
POR EFECTO DEL ORIGINAL