



184236

23 JUN. 1948

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 TEKACO DEVELOPMENT CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 135 East 42nd Street, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA EL FRACCIONAMIENTO DE HIDROCARBUROS POR DISOLVENTES".

- 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 -

Este invento se refiere a un procedimiento para fraccionar hidrocarburos. En uno de sus aspectos más específicos se refiere a un procedimiento para separar cera



184236

de aceite hidrocarburado. Este invento también se refiere a un procedimiento para separar cera en varias fracciones de distintas propiedades físicas, por ejemplo, de distintos puntos de fusión.

5 Es sabido que pueden los hidrocarburos separarse en fracciones de distintas propiedades físicas por el uso de disolventes. Se conoce un número de estos que son útiles para efectuar una separación entre un aceite hidrocarburado y cera. Estos disolventes incluyen hidrocarburos menos
10 viscosos que el aceite, por ejemplo, propano, nafta, benceno, tolueno, y similares; cetonas, por ejemplo, acetona, metil-etil-cetona, metil-propil-cetonas, metil-butyl-cetonas y similares; aldehidos, por ejemplo, benzaldehído, furfural y similares; éteres, por ejemplo, éter isopropílico; alcoholes,
15 por ejemplo, alcohol butílico; hidrocarburos clorados, por ejemplo, ortodidiclorobenceno, bicloruro de etileno; anilina; dióxido sulfúrico líquido y otros muchos líquidos. Disolventes útiles para separar cera del aceite son los miscibles con el aceite a la temperatura de la separación y en los cuales
20 la cera es insoluble o solo ligeramente soluble. Se conocen varios procedimientos que se han desarrollado para separar cera sólida de otros componentes en mezclas hidrocarbурadas que contienen cera por medio de disolventes como desceración, desaceitación, manufactura de cera y fraccionamiento de cera
25 con disolventes. Estos procedimientos implican la separación de cera sólida de una solución u otros componentes de mezcla de hidrocarburos que comprende componentes de cera usando un disolvente solo o una mezcla combinada de dos o más disolven-



184236

tes. El aceite descerado y varios grados de ceras puede producirse por procedimientos con disolventes.

El presente invento se refiere a la separación de mezclas hidrocarbурadas que contienen ceras en fracciones de distintas propiedades físicas. Este invento es especialmente útil para descerar con disolventes aceites minerales, particularmente materiales de aceites lubricantes; para desaceitar cera, por ejemplo, cera residual de operaciones de descerado; y separación de varios grados de cera producida por fraccionamiento con disolventes o cristalización fraccional de mezclas de petróleo que contienen cera. El descerar y el desaceitar son operaciones bien conocidas que implican una separación de la cera y el aceite mediante un disolvente de este último. El presente invento es aplicable a los procedimientos que emplean un disolvente de aceite para desaceitar o descerar. Este invento es también especialmente aplicable a la manufactura de productos de cera por separación de ceras de más alto punto de fusión de una mezcla hidrocarbурada que contiene componentes de cera, mediante un disolvente del aceite indeseado o ceras blandas de más bajo punto de fusión. La separación de cera sólida de una solución líquida formada mezclando un disolvente selectivo con una mezcla de hidrocarburos que contiene componentes de cera, para producir una cera final, se llama algunas veces fraccionamiento o manufactura de cera. Los hidrocarburos parafínicos, que son normalmente sólidos toman el nombre de ceras.

Un objeto de este invento es ofrecer un procedimiento perfeccionado para al fraccionamiento de mezclas



184236

23

hidrocarbурadas. Otro objeto es ofrecer un procedimiento perfeccionado para el fraccionamiento de una mezcla hidrocarbурada que comprende cera. Otro objeto es ofrecer un procedimiento perfeccionado para separar ceras que tienen las propiedades físicas deseables de mezclas hidrocarbурadas que las contienen. Otro objeto es ofrecer un procedimiento perfeccionado para realizar una separación de cera y aceite por fraccionamiento con disolventes. Otro objeto es ofrecer el método para separar varios grados de ceras entre sí por el fraccionamiento con disolventes. Otros objetos y ventajas de este invento aparecerán de la descripción detallada y el dibujo adjunto, que es una ilustración diagramática de una de las realizaciones específicas de nuestro invento.

En general, el procedimiento del presente invento se realiza como sigue: una mezcla hidrocarbурada que contiene componentes de cera a tal temperatura inicial que por lo menos una porción de la cera esté en forma sólida o cristalina, se diluye con un disolvente adecuado miscible con los componentes de la mezcla que no sean la cera solidificada. La temperatura de la mezcla aumenta o bien al añadir el disolvente o bien después de añadirla. La temperatura intermedia resultante (la temperatura máxima de la mezcla diluida) es tal que una porción menor de la cera sólida se disuelve debido al aumento de temperatura. Con arreglo a una realización preferida del invento, la mezcla hidrocarbурada (por ejemplo una mezcla que contiene cera y aceite) que tiene partículas sólidas de cera, se mezcla con disolvente que está a temperatura algo superior a la de la mezcla. Las temperaturas de la



184236

mezcla diluida resultante se reduce a la temperatura de separación deseada, que está algo por debajo de la temperatura máxima de la mezcla diluida, y la cera sólida se separa de ella. Aunque la cera sólida puede separarse de la solución líquida por diversos medios es preferible la filtración. Es esencial que la temperatura intermedia o temperatura máxima de la mezcla diluida sea tal que sólo se disuelva una pequeña porción (menos de 50% de peso) de la cera solidificada deseada a la temperatura inicial. De esto resulta que la temperatura intermedia es menor que aquella a que tiene lugar la disolución completa de la cera. Con preferencia la temperatura intermedia se regula de modo que dé unos 2 a 30% de peso de la cera deseada que estaba en forma sólida a la temperatura inicial, se disuelva a la temperatura intermedia.

Es esencial también que la cera solidificada se separe de la solución a temperatura inferior a la temperatura intermedia o máxima de la mezcla diluida. El disolvente puede añadirse a la mezcla hidrocarburada de una sola vez o en veces sucesivas. A menudo se prefiere esta adición última incremental. La temperatura intermedia o temperatura máxima de la mezcla diluida debe ser por lo menos de unos 2°C sobre la temperatura inicial, y por lo menos 2°C sobre la temperatura a la cual la cera se separa de la solución. La temperatura máxima de la mezcla diluida (temperatura intermedia) puede estar comprendida en el campo de unos 2°C a unos 20°C por encima de la temperatura de separación; con preferencia esta temperatura está en el campo entre unos 6°C y unos 16°C sobre la temperatura de filtración. El funcionamiento con arreglo



184236

a este invento da por resultado una separación mejorada entre los componentes de cera solidificada y los componentes de punto de fusión inferior, por ejemplo, aceite o cera blanda.

5 El disolvente selectivo usado en el presente invento puede ser en general cualquier disolvente selectivo útil para descerar aceites lubricantes. En la técnica se conoce un gran número de estos disolventes. Adecuados son los miscibles con los componentes que no sean la cera solidificada, esto es, la fracción aceitosa líquida de la mezcla, 10 en condiciones de funcionamiento, y que tengan baja acción disolvente sobre la cera solidificada, esto es, la cera o fracción sólida de punto de fusión más alto. El disolvente selectivo usado en la práctica del invento, puede comprender ventajosamente una mezcla de un disolvente de aceite, por 15 ejemplo, bencol, toluol, o similares, y un antidisolvente de cera, por ejemplo, acetona, metil-etil-cetona, o similares. Pueden emplearse otros antidisolventes además de las cetonas alifáticas, por ejemplo, bióxido sulfúrico, furfural, fenol, benzaldehido, formatos, acetatos, etc. También pueden usar- 20 se otros disolventes de aceite además de hidrocarburos aromáticos, por ejemplo, éter alifático de bajo punto de ebullición, tal como éter isopropílico; hidrocarburos alifáticos halogenados, tales como bicloruro de propileno, e hidrocarburos aromáticos clorados, tales como clorobenceno.

25 El presente invento puede aplicarse ventajosamente a descerar aceites. Un procedimiento para efectuar operaciones descerantes perfeccionado según el presente invento es el siguiente: en una realización preferida, el aceite



184236

a desocerar se enfria por debajo de la temperatura de cristalización de la cera a una temperatura vecina a la de filtración, según se determina por el deseado punto de trasiego del aceite terminado. El disolvente puede añadirse al aceite por adición incremental durante el enfriamiento; con preferencia, se añaden pequeñas porciones sucesivas durante el enfriamiento, y la adición final de disolvente se hace una vez que el aceite llega a la temperatura reducida inicial aproximada. La cantidad total de disolvente usado debe ser tal que la proporción de disolvente a aceite en la mezcla diluida esté dentro del campo como de 1 a 6 volúmenes de disolvente por volumen de aceite, ventajosamente de unos 3 volúmenes del primero por volumen del segundo. La temperatura de la mezcla diluida resultante de disolvente y aceite se aumenta luego, o después de la dilución con el disolvente o al propio tiempo que ella hasta una temperatura intermedia más alta que la temperatura de filtración, y tal que solo una porción pequeña (por ejemplo, de dos a treinta por % de la cera deseada en forma sólida a la temperatura reducida inicial, se redisuuelva a la temperatura intermedia. La mezcla de aceite y disolvente se enfria luego por lo menos 2°C a la temperatura de separación predeterminada deseada y se filtra para efectuar la separación entre las partículas de cera sólidas y la solución líquida. La temperatura de filtrado se determina por el material especial de aceite lubricante y el disolvente usado, y por el deseado punto de trasiego del aceite terminado como se conoce en la técnica. En general, si se usa un disolvente hidrocarburado



184236

como propano, la temperatura de filtración debe ser algo más baja que cuando se usa una mezcla de disolvente, tal como una mezcla de benzol y metil-etil-cetona. Varias ventajas importantes resultan del uso del procedimiento del presente invento aplicado a la desceración en contraste con los procedimientos corrientes en que el aceite se enfría a la temperatura de filtración y se filtra sin elevar la temperatura de la mezcla diluida a una temperatura intermedia antes de enfriar a la temperatura de filtración. Esto supone mejores proporciones de filtrado, mayor rendimiento de aceite y mejor calidad de cera.

El presente invento está especialmente destinado a su uso en operaciones de desaceitado, esto es, separación del aceite de la cera, y de fraccionamiento de cera, esto es, separación entre la cera de punto de fusión más alto y más bajo. Usualmente, la cera obtenida de descerar el aceite mineral, debe luego tratarse con disolventes para separar el aceite de la torta de cera. En los procedimientos corrientes, la torta de cera se desaceita con disolvente mezclándola con disolvente adicional, se enfría a la temperatura de filtración, y la cera se vuelve a filtrar a la misma temperatura que la de filtración primera, esto es, la temperatura a que la cera se separó primeramente del aceite. La operación se realiza usualmente rompiendo la torta de cera y dispersando la cera en forma finamente dividida en el disolvente. Esto se suele llamar repulpar la torta de cera. Según el presente invento, esta torta, a temperatura aproximadamente la de filtración u otra más baja, se



184236

mezcla con el disolvente, y la temperatura de la mezcla diluida resultante se eleva al propio tiempo que la adición de disolvente o después de la dilución a una temperatura intermedia de por lo menos 2°C sobre la temperatura de filtración deseada. Luego la mezcla diluida se enfría a la temperatura de filtración y la cera sólida se separa de la solución por filtrado. Este procedimiento tiene varias ventajas sobre las prácticas corrientes. En comparación con el repulpado corriente, la proporción de filtración aumenta grandemente. En comparación con la recristalización, el contenido de aceite de la cera resultante se reduce considerablemente, el rendimiento de aceite aumenta y la calidad de la cera producida mejora. Así se obtiene una separación perfeccionada de aceite y cera.

Similarmente pueden separarse entre sí ceras de varios grados o tipos, según este invento, mezclando cera a temperatura inicial próxima a la de separación deseada con disolvente, calentando la mezcla hasta una temperatura de mezcla diluida intermedia, con lo cual se disuelve una pequeña parte, con preferencia de 2 a 30% de peso del sólido de cera deseado y a la temperatura inicial, enfriando la mezcla hasta la temperatura de filtración deseada, y separando la cera solidificada de la solución resultante. La temperatura de filtración deseada es determinada por el disolvente particular y por el punto de fusión de la cera que se quiere recuperar, como es bien conocido en la técnica.

En general, para desaceitar cera, la filtración secundaria o desaceitación se realiza aproximadamente



184236

a la misma temperatura (con disolventes iguales o comparables) que la temperatura de filtración primaria o desceradora. El fraccionamiento de la cera se realiza dispersando ésta en el disolvente y filtrando la cera cristalina del disolvente a temperatura algo más alta que la filtración primaria. Alternativamente pueden usarse distintos disolventes. Algo de la cera blanda o de punto de fusión más bajo se toma en solución permitiendo una separación de la cera de punto de fusión más alto por filtración.

El dibujo adjunto representa diagramáticamente la aplicación del presente invento a descerar un aceite mineral para producir una fracción de aceite adecuada para su uso como lubricante y separación de la cera en ceras de diferentes propiedades físicas. Debe entenderse que la siguiente descripción detallada tiene por objeto ilustrar el presente invento, y no debe interpretarse como limitativa del mismo.

Aceite que contiene cera parafina en solución se introduce en el sistema por la tubería 2 y se hace pasar por el cambiador de calor 3 y el enfriador 4 a un depósito de alimentación de almacenaje frío 5. El disolvente de la tubería 6, a temperatura regulada por un cambiador térmico 7 se mezcla con el aceite, y puede añadirse al mismo en uno o más de un número de puntos durante la operación de enfriamiento en cantidades deseadas controladas por válvulas 8. La mezcla enfriada del depósito de alimentación de almacenaje frío 5 se lleva luego a un filtro primario de tipo continuo 9 desde el cual se retira solución de aceite descerada hacia



184236

el depósito de obtención 10. El ciclo puede ser del tipo de tambor giratorio o del tipo de hoja giratoria. La torta de cera se lava en el filtro de la manera habitual por un disolvente de lavado frío que entra por la tubería 12. La solución de aceite descerado del depósito de obtención 10 se pasa por el cambiador de calor 3 en intercambio térmico indirecto con el aceite nuevo para enfriar la corriente de alimentación de aceite que entra, y desde allí se envía a la unidad recuperadora de aceite descerado 13, donde se quita el disolvente del aceite. Este, libre de disolvente, se retira del sistema por la línea 4 como un producto. El disolvente se conduce a un depósito de almacenaje 16, desde el cual se puede volver por la línea 6 para el uso ulterior al tratar aceite nuevo que entra.

La torta de cera primaria del filtro 9 se rompe o se repulpa en el mezclador 11 y se mezcla con el disolvente adicional de la tubería 17, cuya temperatura puede controlarse por el cambiador de calor 18. El disolvente mezclado con la torta de cera por la tubería 17, está con preferencia mucho más caliente que dicha torta, de manera que la mezcla diluida resultante de cera y disolvente está a temperatura muy superior a la de filtración primaria, y por lo menos a 2°C por encima de la temperatura de filtración subsiguiente. Luego la mezcla diluida resultante se enfría a la temperatura de filtración secundaria e de repulpación en el enfriador 19 y se hace pasar al depósito de alimentación 21. Desde éste, la mezcla de cera repulpada enfriada pasa al filtro repulpador 22, donde la cera sólida



184236

se separa como una torta. El disolvente, junto con la cera blanda disuelta se separa como filtrado y se lleva al depósito de obtención 23. Del depósito 23 la cera blanda y el disolvente se hacen pasar a la unidad recuperadora de cera blanda 24, en que se hace una separación entre la cera blanda y el disolvente, extrayéndose la primera del sistema por el tubo 26 y volviendo el disolvente a su depósito de almacenaje 16. La cera producida en el filtro repulpador de cera 22 se lava en la forma ordinaria con disolvente de lavado admitido al filtro por la tubería 27. La torta de cera producida extraída del filtro se pasa a la unidad recuperadora de cera producida 28, donde se separa disolviendo la cera. El disolvente se vuelve al almacenaje en 16 y la cera producida se retira del sistema por la tubería 29. El disolvente para repulpar y lavar las tortas de cera en los filtros se suministra a las diversas tuberías 12, 17 y 27 por una tubería de alimentación 31. Las habituales unidades enfriadoras 32 y 33 del tipo de cambiador de calor, tienen por objeto enfriar las corrientes de disolvente de lavado de cada uno de los filtros a la temperatura de filtración.

Como ejemplo específico de la aplicación del presente procedimiento, según se representa en el diagrama de paso, una carga de aceite adecuada para un material de aceite lubricante y que contiene componentes de cera en solución se suministra al sistema por el tubo 2. Se añade disolvente al aceite en los diversos puntos a lo largo de su trayecto de paso por los cambiadores de calor 3 y 4, regulando las válvulas 8 para dar una temperatura de mezcla



184236

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
75
80
85
90
95
100

resultante de -15°C en el depósito de alimentación 5. El filtro primario se hace funcionar a -15°C , empleando disolvente de lavado que entra por la tubería 12 a la misma temperatura. La torta de cera primaria se pasa al mezclador repulpador 11 y se mezcla con suficiente disolvente caliente a temperatura de unos 10°C , para elevar la temperatura de la mezcla a unos 2°C . La mezcla resultante se enfría en el enfriador 19 a -12°C y se filtra a esta temperatura en el filtro de repulpar cera 22. Se suministra disolvente de lavado a la misma temperatura (a -12°C) al filtro por la tubería 27. Se obtiene una cera de mejor calidad de la torta de filtro del filtro repulpador 22. El funcionamiento perfeccionado del filtro repulpador y la calidad de cera producida se verán por los ejemplos siguientes.

15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
75
80
85
90
95
100

Estos ejemplos se presentan para ilustrar varias aplicaciones del presente invento sin restringir su finalidad. Estos ejemplos son solo ilustrativos y no se dan como una presentación sinóptica de todas las aplicaciones posibles del invento.

Ejemplo I

20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
75
80
85
90
95
100

Un material de aceite lubricante destilado de cera, adecuado para la producción de aceite lubricante descerado de viscosidad S.A.E. 20 se desceró usando un disolvente compuesto, que contenía 60 partes de metil-etil-estona por volumen, 22 partes de tolueno y 18 partes de benceno. El aceite se enfrió de unos 50°C a -15°C , con adición incremental del disolvente durante el periodo de enfriamiento. El aceite no diluido se enfrió desde unos 50° a unos 38°C ;



184236

se añadieron 0.2 partes de disolvente a 39°C; 0.2 partes a 21°C; 0.2 partes a 12°C; 0.4 partes a 4,5°C y 1.5 partes a -15°C. Las cantidades de disolvente en cada caso se expresa en parte de volumen por parte de aceite cargado. La adición total de disolvente fué de 2.5 Volúmenes del mismo por volumen de aceite tratado. La mezcla resultante se filtró a -15°C para separar cera solidificada, usando un filtro giratorio continuo. La torta de cera se lavó en el filtro con 1.5 partes más de volumen de disolvente nuevo. El punto de trasiego del aceite terminado obtenido como filtrado fué de unos -5°C.

La torta de filtro primaria así obtenida (punto de fusión unos 46°C) se repulpó con una cantidad adicional de disolvente igual a 1.0 partes de volumen basadas en el volumen del aceite originario cargado u 8.1 partes de volumen basadas en la torta de cera. La temperatura a que se realizó la repulpación fué de -15°C. La mezcla resultante de cera repulpada y disolvente se filtró en un filtro de tipo continuo con lavado de la torta de cera del filtro repulpador con 7.3 partes más de disolvente por volumen basadas en el volumen de la torta de cera de dicho filtro. El rendimiento del filtro fué de 8 kilos por 0,0929 metros cuadrados de superficie de filtro por hora. La fuerza tensil de la cera así recuperada del filtro repulpador fué de unos 120 kilos per 6,452 cm², según determinó una máquina de ensayo de Tinius-Olsen indicando una alta calidad de cera. No tuvieron éxito las tentativas para mejorar la producción del filtro empleando mayores cantidades de disolvente en la operación



184236

de repulción; no hubo apreciable efecto sobre la torta de filtro.

Ejemplo II

Una porción de la torta de cera primera obtenida al descerar el material de aceite lubricante del ejemplo I, según el procedimiento descrito detalladamente en el mismo, se trató con arreglo al procedimiento del presente invento. La torta de cera primera a -15°C se mezcló con 8.2 partes de volumen de disolvente adicional, a base del volumen de la torta de cera y se repulpó en condiciones tales que la temperatura de la mezcla diluida fué de unos 8°C . La mezcla diluida resultante se enfrió luego a -15°C y se filtró en un filtro continuo usando 7.3 partes de disolvente adicional a base de la torta de cera, para lavar la torta de filtro de cera. La fuerza tensil y la calidad de la cera producida era comparable a la obtenida del repulpado del ejemplo I, pero la torta de filtro aumentó a 18,5 kilos de cera por 6,452 cm² de superficie de filtro por hora.

En condiciones comparables se disolvió torta de cera primera a unos 50°C en 12.9 partes de volumen de disolvente por cada parte de cera, y la mezcla diluida resultante se enfrió a la temperatura de filtración para recristalizar la cera. La producción de filtro era comparable con la obtenida por el procedimiento del presente invento pero la calidad de la cera producida, como lo indicaba la fuerza tensil, era considerablemente menor (104 kilos por 6.452 cm²) que en el ensayo descrito, y el contenido de aceite determinado por el método de ensayos A.S.T.M. fué



184236

aproximadamente doble.

Ejemplo III

Una cera residual libre de disolvente, obtenida de una operación de desceración sin disolvente se licuó y diluyó de modo incremental con disolvente, enfriando desde unos 75°C hasta 7.5°C. El disolvente en esta operación fue de 90% de metil-etil-cetona y 10% de tolueno. El volumen total de disolvente empleado ascendió a 3.0 volúmenes por volumen de cera. La cera solidificada se separó de la solución resultante por filtración a unos 7.5°C y se lavó en el filtro con 1.6 volúmenes de disolvente adicional por volumen de cera suministrada. La torta de cera obtenida del filtro contenía 11.6 por ciento de volumen de aceite.

La torta de cera se repulpó a 7.5°C con 5.0 volúmenes de disolvente adicional por volumen de cera, en una operación a base de disolvente total. La mezcla resultante se volvió a filtrar a 7.5°C y se lavó con 3.3 volúmenes de disolvente adicional por volumen de cera a base de la cera cargada. El contenido de aceite A.S.T.M. de la cera producida del filtro repulpador fue 2.68% de volumen.

Ejemplo IV

Una porción de la cera obtenida de la primera obtención del ejemplo III se repulpó con el disolvente aumentando la temperatura de 7.5 a 25°C. La mezcla repulpada se volvió a enfriar a 7.5°C, se filtró y se lavó como en el ejemplo III. El contenido de aceite A.S.T.M. de la cera resultante del filtro de repulpación fue de 2.4 volúmenes por ciento.



27

184236

Ejemplos V y VI

Una fracción (de 2 a 20%) de baja ebullición obtenida por fraccionamiento en el vacío de la cera residual del ejemplo IV se trató como sigue: se añadió disolvente a la cera licuada por adición incremental mientras se enfriaba a 7,5°C usando un total de 2 volúmenes de disolvente por volumen de cera. La mezcla diluida se filtró a 7.5°C y la tarta de cera se lavó en el filtro. La tarta de cera resultante contenía 3.47% de aceite por volumen. La tarta de cera se dividió en dos porciones.

La primera porción se repulpó a 7.5°C en disolvente adicional, usando 4 partes de disolvente por parte de cera con lavado en el filtro con 2.9 partes de disolvente por una parte de cera. El contenido de aceite A.S.T.M. de la tarta fué de 0.64% de volumen.

La segunda porción de la cera se repulpó con 4 volúmenes de disolvente por volumen de cera con un aumento de temperatura de 7.5°C a 24°C. La mezcla diluida se enfrió desde la temperatura de dilución de 24°C a 7.5°C, se filtró y lavó en el filtro con 2.1 volúmenes de disolvente por volumen de cera. El contenido de aceite A.S.T.M. fué de 0.44% de volumen.

Los ejemplos anteriores muestran claramente la operación perfeccionada y los ventajosos resultados producidos por el uso del procedimiento del presente invento. En un número de obtenciones de ensayo comparativas, se observó que sin excepción y a igualdad de las otras condiciones la cantidad y la calidad de la cera producida por la solución completa seguida de enfriamiento para recristalizar, son



184236

apreciablemente menores que la cantidad y calidad de la cera
producida añadiendo disolvente con calentamiento de la mezcla
de cera diluida desde la temperatura de filtración primaria
a una temperatura intermedia de unos 12 a 15° por encima de
5 la deseada temperatura de filtración, y luego enfriando la
mezcla a esta temperatura antes de filtrarla. Igualmente sin
excepción, los productos de filtración obtenidos en los en-
sayos comparativos hechos para evaluar el método del presen-
te invento fueron apreciablemente más altos que las propor-
10 ciones de filtración obtenidas por mera repulpación de la
torta de cera a la deseada temperatura de filtración y fil-
trado. La mejora en las proporciones de filtración obtenida
por el procedimiento del invento fué especialmente perceptible
en los casos en que la deseada temperatura de filtración de
15 repulpación era más alta que la temperatura de filtración
inicial o primaria.

El presente método de funcionamiento reporta
dos importantes ventajas. En primer lugar, ofrece un fraccio-
namiento definido entre las fracciones de cera deseadas en
20 la cera producida y las fracciones indeseables que se trata
de eliminar de la cera producida por solución y filtración.
En segundo lugar, ofrece un medio de mejorar en gran manera
las proporciones de filtración de repulpación. Sin limitar
en modo alguno el presente invento por la teoría, se cree
25 que la proporción de filtración perfeccionada es el resulta-
do de una solución de ceras blandas indeseable aumentando
la temperatura de la mezcla diluida y afirmando el cristal
de cera sólido debido al enfriamiento de la temperatura de



184236

Muchos resultados perfeccionados se obtienen en contraste con los procedimientos ordinarios en que el disolvente se añade a la mezcla de hidrocarburos a la temperatura de filtración o a una temperatura por encima o debajo de aquella con subsiguiente regulación de temperatura hacia arriba o hacia abajo meramente hasta la temperatura de filtración.

Varias modificaciones del presente invento pueden practicarse sin apartarse de la finalidad del mismo según se define en las reivindicaciones anexas.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 24 de junio de 1947, bajo el número 756.658, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

- O - N O T A - O -

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:

1.^a - Un procedimiento para separar cera de una mezcla hidrocarburada que la contenga, que comprende diluir la mezcla hidrocarburada en condiciones tales que esté presente cera en forma solidificada con un disolvente para formar una mezcla diluida, aumentar la temperatura de la mez-

23



184236

5 cla diluida resultante en medida suficiente para disolver una pequeña parte de la cera sólida, enfriar la mezcla resultante por lo menos 2° hasta una temperatura de filtración predeterminada, y filtrar la mezcla a esta última temperatura para separar la cera sólida y la solución resultante.

2°. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1°, en el cual la mezcla de hidrocarburos es una mezcla de cera y aceite.

10 3°. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 2°, en el cual el aceite es un aceite hidrocarburado con propiedades lubricantes.

4°. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1°, en el cual la mezcla hidrocarburada es una mezcla de ceras de diferentes propiedades físicas.

15 5°. - Un procedimiento para separar cera solidificada de una mezcla hidrocarburada que contiene cera, que comprende diluir la mezcla hidrocarburada a temperatura a la cual por lo menos una porción de la cera en dicha mezcla hidrocarburada está en forma solidificada con un disolvente miscible con componentes de dicha mezcla que no sean
20 la cera solidificada para formar una mezcla diluida, aumentar la temperatura de la mezcla en por lo menos 2°C con lo cual una pequeña porción de la cera solidificada se disuelve en el disolvente, enfriar luego la solución diluida a
25 una temperatura de filtro predeterminada en unos 2° y no más de 20°C por debajo de la temperatura máxima de la mezcla diluida y filtrar la mezcla para efectuar una separación entre cera sólida en la solución diluida enfriada y la so-



184236

lución resultante.

6º. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 5º, en el cual la temperatura de la mezcla se aumenta conforme se añade el disolvente.

5
7º. - En un procedimiento para separar cera sólida de una mezcla de hidrocarburos que comprende dicha cera, (en el cual la mezcla de hidrocarburos se mezcla con un disolvente adecuado para los componentes de la mezcla que no sean la cera, y ésta en forma sólida que se separa de la
10 solución en la mezcla diluida resultante a tal temperatura de separación que haya cera sólida en la mezcla diluida), la mejora que comprende mezclar disolvente con la mezcla hidrocarburada y aumentar la temperatura de la mezcla diluida resultante a una temperatura por lo menos 2ºC por encima a la
15 temperatura anterior de dicha solución, con lo cual se disuelve una pequeña parte de la cera sólida, disminuir la temperatura de la mezcla diluida a dicha temperatura de separación, y filtrar la mezcla diluida a dicha temperatura de separación para efectuar una separación entre la cera sólida y la solución.
20

8º. - En un procedimiento para la separación de cera en forma solidificada de una mezcla que contiene cera, (en el cual dicha mezcla se mezcla con un disolvente de componentes de la mezcla que no sean la cera, y ésta en
25 forma sólida se separa en la solución en la mezcla diluida resultante a tal temperatura de separación que haya cera solidificada en las mezclas diluidas), la mejora que comprende enfriar una mezcla que contiene cera a temperatura



184236

tal que la cera deseada en la mezcla esté en forma sólida, añadir disolvente a la mezcla y aumentar la temperatura de la mezcla diluida resultante en medida suficiente para disolver la cera no deseada y de dos a treinta por ciento de peso
5 aproximadamente de la cera solidificada deseada, reducir luego la temperatura de la mezcla diluida a temperatura tal que la cera deseada se solidifique luego y separar de la solución la cera solidificada.

9º. - En un procedimiento para la separación
10 de cera en forma solidificada de una mezcla que contiene cera, (en el cual una torta de cera a temperatura reducida que contiene componentes que no sean la cera deseada, se mezcla con un disolvente de los componentes de la mezcla que no son la cera deseada, la mezcla diluida resultante calentada hasta una temperatura de separación tal que la cera deseada
15 está presente en la mezcla diluida en forma solidificada y la cera indeseada y otros componentes de la mezcla están en solución y la cera deseada en forma sólida se separa de la solución), la mejora que comprende aumentar la temperatura de la mezcla diluida que contiene cera y disolvente hasta una temperatura superior a la temperatura de separación en tal cantidad que de 2 a 30% de peso aproximadamente de la cera deseada se disuelva en el disolvente, reducir luego
20 la temperatura de la mezcla deseada a dicha temperatura de separación y separar la cera solidificada deseada de la solución a dicha temperatura de separación.

10º. - Un procedimiento para efectuar la separación entre componentes solidificados y líquidos de una



184236

25

mezcla de aceite, que comprende diluir la mezcla con un disolvente de los componentes líquidos en condiciones tales que los componentes solidificados estén presentes en la mezcla diluida resultante en forma sólida, aumentar la temperatura de la mezcla diluida resultante en medida suficiente para disolver una porción pequeña de los componentes solidificados, enfriar la mezcla diluida por lo menos en 2°C hasta una temperatura de separación predeterminada, y separar los componentes solidificados de la solución resultante a dicha temperatura de separación.

11^a. - En un procedimiento para separar una fracción soluble de una mezcla de aceite que contiene componentes solubles y componentes sólidos e insolubles en un disolvente selectivo a temperatura predeterminada (en el cual la mezcla se diluye con un disolvente de componentes de la misma que son solubles en ella a dicha temperatura y la porción sólida no disuelta se separa de la solución resultante en la mezcla diluida), la mejora que comprende aumentar la temperatura de la mezcla diluida desde una temperatura no superior a la temperatura de separación a otra superior a esta última en tal medida que una pequeña porción de los componentes que son sólidos a la temperatura de separación se disuelve en el disolvente, reducir después la temperatura de la mezcla diluida a dicha temperatura de separación, y separar los componentes solidificados de la solución a dicha temperatura de separación.

12^a. - Un procedimiento virtualmente como se describe.



184236

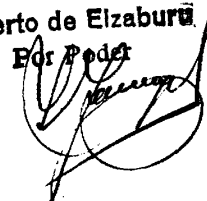
13º. - Un procedimiento para el fraccionamiento de hidrocarburos por disolventes.

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

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

Madrid, 23 JUN. 1948

P. A.

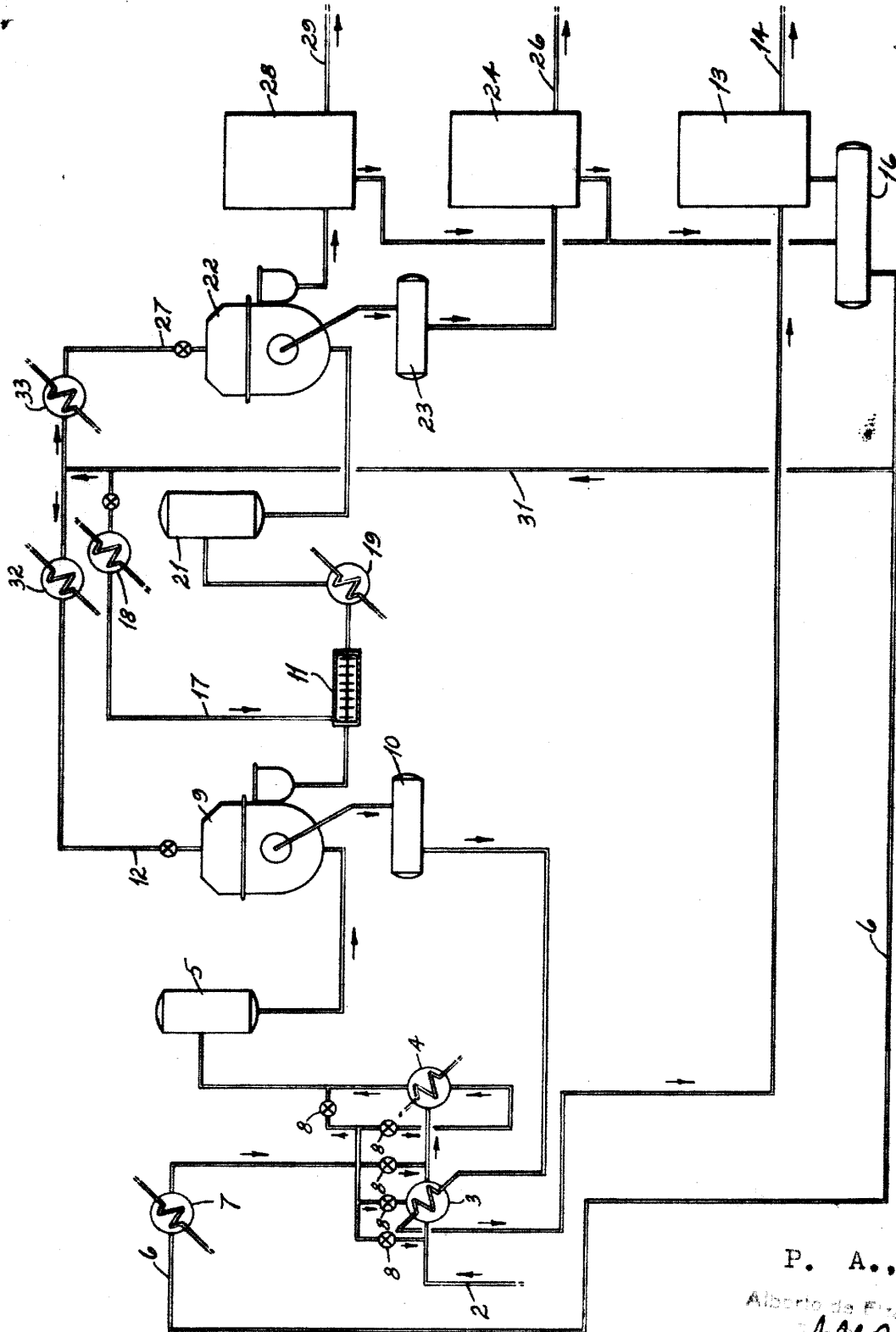
Alberto de Elizaburu
Por Poder


84236

84236



SEP 1946



P. A.,
 Alberto de Eizaburu
[Handwritten Signature]