

184532



JUL 1948

18 32

MEMORIA DESCRIPTIVA

PATENTE DE INVENCION.

PAIS: ESPAÑA.

DURACION: 20 AÑOS.

**OBJETO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION
"DE PERMUTADORES DE CATIONES".-**

A nombre de : CARBONISATION ET CHARBONS ACTIFS, S. A.

Residente en: PARIS, 50, Rue de Lisbonne.

Nacionalidad: FRANCESA.

(P. 520. U.J/L)

184532



El procedimiento que constituye el objeto de la presente invención emplea preferiblemente como materia prima, lignito, hulla o antracita, aunque éstos pueden ser sustituidos por otras materias carbonadas. La materia auxiliar principal es el óleo o ácido de Nordhausen, cuyo contenido de SO₃ libre es de un 5-20 %.

Este procedimiento se distingue de los otros conocidos que emplean las mismas materias primas y auxiliares, por el hecho de que:

- 10.- 1) La materia prima empleada es primero triturada finamente
- 2) En una primera fase, se produce una suspensión coloidal de la materia carbonada en ácido sulfúrico;
- 3) En una segunda fase, se coagula de manera irreversible la suspensión coloidal para obtener un producto insoluble;
- 15.- 4) Mediante un moderado calentamiento, se regula a voluntad el coeficiente de hinchamiento en el agua del producto acabado;

mientras que en los procedimientos conocidos la materia prima es utilizada en forma de granos de tamaño ligeramente superior al del producto acabado y la acción del ácido es guiada de modo que no destruya sino lo menos posible el grano inicial.

En el procedimiento según la invención, la calidad del permutador depende tanto, si no más, de la finura de molido de la materia prima, como del origen o de las características de esta última. El punto esencial en el nuevo procedimiento, es la obtención de una suspensión coloidal homogénea suficientemente estable para evitar que una coagulación demasiado



30.- fácil o demasiado rápida conduzca a un producto final en polvo o demasiado friable, por una parte, y, por otra, no demasiado estable, para evitar unos medios de coagulación brutales que destruyan la estructura u otras propiedades favorables a un alto poder de permutación y una gran velocidad de fijación de los cationes.

35.- Algunos ejemplos no limitativos harán comprender mejor el procedimiento, que consiste en añadir a 100 partes en peso de óleo con un 5-20 % de SO3 libre, de 6 a 15 partes de materia carbonada finamente triturada. También se puede añadir progresivamente el ácido a la materia carbonada; sin embargo, el amasado resulta mas largo sin que por ello sea mejor el producto final.

40.-

La masa que se obtiene al final de la adición tiene que ser gelatinosa, elástica, no adhesiva ni en grumos y arenosa. Dejada en reposo al abrigo de la humedad durante algunas horas y hasta algunos días, sigue desprendiendo gas sulfuroso e hidrógeno sulfurado. Después de esta maduración se extiende en capa poco gruesa y se le hace absorber lentamente humedad. Se separa poco a poco un jugo ácido oscuro en un primer tiempo (suspensión coloidal) que, por coagulación de las partículas, se aclara hasta llegar a ser límpido e incoloro. La masa sólida que, al principio, era gelatinosa o grumosa, mecánicamente poco resistente, endurece considerablemente y puede ser preparada sin sensible formación de elementos finos. Luego, se procede al lavado tanto que se haya como que no se haya separado previamente el jugo ácido, cuya densidad oscila entre 1,40 y 1,65.

45.-

50.-

55.-

Al final del lavado, los granos son bastantes resistentes al aplastamiento entre los dedos, teniendo que ser su tamaño medio del orden de algunos milímetros. Al ser secados a 100-130°, aproximadamente, encogen a una tercera o quinta parte

60.-



de su volumen y endurecen hasta el punto de que ya no pueden ser aplastados entre los dedos, moliéndose entonces al tamaño de gránulo preferido.

65.- La parte fina obtenida en la trituración puede ventajosamente ser devuelta a la fabricación mezclada con la materia prima. En prolongado contacto con el aire, el permutador que sale del secado vuelve a tomar de 15 a 20% de humedad y el grano aumenta en un 20-25% de su volumen.

70.- Sumergido en agua, el permutador aumenta de volumen en proporciones variables con la temperatura de secado. Este hinchamiento es del orden del 80-120% del volumen inicial para una temperatura de secado de 70 a 90°, bajando a un 5-15% para una temperatura de 130-140°.

75.- Secado a más elevada temperatura, su hinchamiento en el agua resulta nulo, pero las temperaturas de secado demasiado elevadas implican el riesgo de que su capacidad y velocidad de permutación resulten perjudicadas.

Ejemplo n° 1.

80.- A 500 partes de óleo industrial de un contenido de SO3 libre del 10-15% se añaden poco a poco agitando, pero sin calentamiento ni enfriamiento exterior, 50 partes de hulla con un 5-10% de cenizas y un 30-40% de materias volátiles, previamente triturada de forma que pase enteramente por el tamiz de 120 hilos por pulgada. Después de la adición de 5 partes de hulla, se debe obtener un líquido homogéneo negro y brillante que, 85.- con adiciones sucesivas de 5 nuevas partes de hulla, se pone más viscoso hasta tener la fluidez de la glicerina. La presencia de grumos blandos sería indicio de insuficiente agitación. La adición del complemento de hulla se hará preferiblemente en un aparato amasador resistente, porque la masa de reacción pasa sucesivamente por las fases siguientes de acuerdo con la 90.-



95.- cantidad de hulla añadida: 20 partes de hulla, masa pastosa aún fluida, 30 partes de hulla, pasta viscosa no fluida, 40 partes de hulla, masa muy densa y adhesiva, ligera tendencia gelatinosa, 50 partes de hulla, masa gelatinosa poco adhesiva, netamente elástica. Prolongando el amasado, la pasta se pone cada vez mas seca, cesa de adherirse y adquiere un aspecto grumoso y friable.

100.- En el primer semi-tiempo, la temperatura pasa de la temperatura ambiente a 40-50°. Al final de la operación se registran 60-70°. En el primer semi-tiempo, la masa desprende espesos humos blancos (SO₃ y SO₂); en el segundo semi-tiempo, es principalmente el gas sulfuroso que se escapa, más o menos contaminado de hidrógeno sulfurado.

105.- Se deja madurar, al abrigo del aire, durante 10-48 horas. Si la masa, al final de la adición, era gelatinosa, se pone elástica después de la maduración y se deja cortar o fraccionar fácilmente. Después de coagular por absorción muy progresiva de agua, lavar y secar, se obtienen unos granos muy duros. Si, al final de la adición la masa era grumosa y arenosa, 110.- conserva su aspecto después de la maduración, pudiendo pasar a la coagulación y al lavado sin corte o fraccionamiento previo. Una vez secos, los granos son algo menos duros que los procedentes de una masa gelatinosa compacta y elástica.

Ejemplo nº. 2.

115.- Siguiendo el mismo procedimiento, se añaden a 500 partes de óleo industrial que contiene un 5-10% de SO₃ libre y un 5% de hierro (óleo fangoso) 50 partes de hulla de un contenido de 2-5% de cenizas y 15-20% de materias volátiles, con adición de 10 partes de elementos finos de trituración de permutador lavado y seco. La homogeneización del líquido por adición de 120.- partes de hulla es más rápida que en el ejemplo nº. 1. Después



de añadirse 40 partes de hulla, la masa es netamente gelatinosa y elástica; se pone seca y grumosa con 45-50 partes de hulla.

Ejemplo nº. 3.

Si se sustituye la hulla con antracita, conviene triturar ésta de forma que pase por completo a través del tamiz de 150
125.- o mejor, de 200 hilos por pulgada. El óleo contendrá preferiblemente un 15-20% de SO₃ libre. El procedimiento sigue siendo el mismo, aunque la homogeneización, al principio de la adición, exige una agitación más prolongada. El espesamiento de la masa y su transición al estado gelatinoso, exigen un poco más de materia carbonada. La fase elástica, no adhesiva, no se alcanza
130.- generalmente sino mediante un prolongado amasado o durante el periodo de maduración.

Cuando se utilizan como materia prima lignito, lignina, breas de petróleo o de colofonia, las soluciones coloidales son más
135.- difícilmente coagulables; puede entonces resultar necesario calentar para pasar del estado de sol al de gel. La temperatura de gelificación depende de la materia prima y de la concentración del ácido.

Los permutadores obtenidos según el procedimiento anteriormente descrito han sido examinados vírgenes y después de una o
140.- varias generaciones según el método y con los aparatos descritos en la Patente francesa depositada el 10 de enero de 1.945 por "Un sistema de control automático de la proporción de permutación en la depuración del agua en el tratamiento de soluciones salinas". He aquí algunas características que se refieren
145.- a la capacidad de permutación a la ruptura en capa de 5-7 cm. de altura, duración de contacto del líquido 1,8 a 2,2" para la permutación de hidrógeno por calcio, para una granulación 25/80. Se considera como ruptura el momento en que la solución, ini-



- 150.- cialmente n/100 (dureza francesa 50°), contiene a la salida del permutador una cantidad de cationes cuando menos igual a n/8.000 (dureza francesa 0,5 a 1°). El índice de eficacia indica el número de cm³ de solución n/100 privada totalmente del catión respectivo bien por un gramo de permutador conservado al aire ,bien por un cm³ del mismo permutador, previo hinchamiento en el agua.
- 155.-

Eficacia del permutador

Obtenidos según el	para 1 gramo	para 1 cm ³
Ejemplo N°. 1, masa elástica :	177	86
160.- ,, N°. 1, ,, arenosa :	136	89
,, N°. 2, ,, elástica :	143	87
,, N°. 2, ,, arenosa :	173	88
,, N°. 3, ,, elástica :	156	70
con colofonia oxidada :	190	92

N O T A

165.- 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:

1º. Un procedimiento para la obtención de permutadores de cationes, caracterizado por el hecho de disolverse en el

170.- ácido sulfúrico materias carbonadas finamente trituradas (hulla, antracita, lignito) o groseramente fraccionadas (lignina, colofonia) para hacer una suspensión coloidal que es coagulada, en el primer caso por una dilución lenta, y en el segundo caso por un calentamiento progresivo, lavándose, secándose y

175.- reduciéndose por fraccionamiento al tamaño de gránulo deseado el producto después de una coagulación irreversible, siendo la eficacia de estos nuevos productos considerablemente supe-

184532



rior a la de los productos industriales conocidos, especialmente en lo que concierne a la permutación de hidrógeno por alcalinos y alcalino-térreos, pudiéndose emplear también para la permutación de cationes, bien en la depuración de líquidos, bien en la recuperación de productos valiosos.

180.-
2º. "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PERMUTADORES DE CATIONES", todo tal y conforme se describe en la presente memoria descriptiva la cual consta de 185 líneas.

Madrid, 10 de julio de 1.948.

CARBONISATION ET CHARBONS ACTIFS, S. A.

P. A.

ENJO DE PARLOS