



190561

Eb. =

190561

MEMORIA

DESCRIPATIVA

para una patente de Invención, por veinte años, por: " Procedi -  
miento para la obtención de un nuevo reactivo de desdoblamiento  
de grasas = a favor de Don José Arana Campos; residente en Villa -  
franca de Oria - Guipúzcoa -

-----

La presente patente de invención se refiere a un procedi -  
miento para la obtención de un nuevo reactivo de desdoblamiento  
de grasas, con cuyo reactivo se resuelven, en gran parte, todos  
los inconvenientes de los hoy utilizados y tiene características  
perfectamente definidas y originales que le hacen por completo  
5 distinto a todos ellos; se ha eliminado en él todo cuerpo de natu -  
raleza grasa o aromático y su estructura interna es, por consi -  
guiente, radicalmente distinta de la de los conocidos.

Las ventajas del reactivo que se reivindica quedan más  
10 de manifiesto atendiendo a las siguientes consideraciones: el des -  
doblamiento de las grasas en sus dos componentes, ácidos grasos  
y glicerina, es siempre un proceso hidrolítico durante el cual  
una molécula de grasa se escinde en aquellos dos por la recupera -

190561



2. -

ción de tres moléculas de agua que perdió en el proceso de este -  
rificación.

Del examen de las fórmulas que rigen este proceso de des -  
doblamiento se deduce que las únicas sustancias que toman parte  
5 activa en él son los triglicéridos y el agua. Así sucede en la  
práctica, en efecto, cuando se utiliza una instalación que permí -  
te el trabajo a altas presiones. No obstante, son tantas las do -  
ficultades a vencer en este tipo de instalaciones y los aparatos  
tan costosos, si se han de sortear ventajosamente, que esta cir -  
10 cunstancia explica, sin más, que este método de desdoblamiento  
no represente ni el cinco por ciento de la elaboración mundial.

El ideal en el terreno industrial se encuentra siempre  
en realizar la mayor parte posible de las transformaciones sin  
recurrir al empleo de la presión. En el aspecto que nos ocupa,  
15 dado el enorme volúmen de sustancias a tratar, este punto adque -  
re una significación de la mayor importancia.

La industria ha resuelto este problema mediante el uso  
de las sustancias llamadas impropriadamente "reactivos de desdobra -  
miento". Son éstas sustancias que por su valiosa calidad de es -  
20 tabilizar las emulsiones agua-grasa en solución ácida hirviente,  
hacen posible una íntima interacción entre dichas moléculas y con  
ello, la realización del proceso en caldera abierta, prescindien -  
do en absoluto del empleo de la presión. Esta sola ventaja hace  
que su uso sea imprescindible cuando se trata de desdoblar gran -  
25 des cantidades de grasa.

Desde que Twitchell sintetizó el primero de estos compues -  
tos -un sulfonado de mezclas equimoleculares de benceno y ácido  
oléico- puede decirse que el progreso realizado en esta rama ha  
sido prácticamente nulo. Así, hoy sigue usándose casi exclusiva -

190561

3. -



mente aquél mismo reactivo, con la pequeña modificación, del mismo inventor, consistente en sustituir el benceno por su congénere el naftaleno.

5 Reuniendo estos reactivos magníficas cualidades, tienen dos defectos graves; el primero, el de ser caros y el segundo, de ser de acción lenta. Su precio los hace onerosos en muchos casos, especialmente cuando se trata de trabajar con grasas de mediana calidad como son, por ejemplo, los aceites de orujo. Este coste relativo crece desmesuradamente por la duración del proceso, que  
10 exige siempre más de treinta horas de ebullición para alcanzar el límite de desdoblamiento.

Los intentos de mejorar el primitivo reactivo en estas dos direcciones han sido numerosos sin haberse llegado a resultados alentadores. Esto es así porque las modificaciones introducidas en él han sido siempre de carácter superficial, limitándose  
15 los diversos autores a operar siempre dentro del campo graso-aromático. Así, se ha reemplazado la naftalina por los aromáticos polinucleares más diversos: el antraceno, el fenantreno, los productos de hidrogenación parcial o total de ambos, las mezclas industriales de ellos, etc., etc. También se recurrió al empleo de heteronúcleos sin lograr mayores avances. En cuanto al componente graso  
20 se sustituyó la oleína por la ricinoleína, por ésta misma hidrogenada, por los ácidos grasos de los aceites con más de un doble enlace en su molécula. Tampoco se llegó por este camino a resolver ni una pequeña parte de los inconvenientes.

Ninguna de estas modificaciones representa una nueva dirección teórica ni ha representado un progreso efectivo en la calidad del reactivo primitivo. Claramente se vé que el edificio teórico permanece inalterado tal y como lo dejara el inventor.  
30 Por otra parte, todas estas sustituciones solo conseguían ir en -

190561

4. -

25



careciendo paulatinamente un producto ya de por sí caro, sin lograr en la práctica una compensación que los hiciese de importancia industrial.

5 Por lo que se refiere al establecimiento del nuevo procedimiento que se reivindica, por consideraciones puramente teóricas, confirmadas siempre por la experiencia se llegó a la conclusión de que la actividad de los "reactivos" era debido a su doble carácter de agente físico, como emulsionante, por una parte, y de catalítico, como transportador de grupos funcionales, por otra. 10 Conociendo el poder de los grupos sulfónicos para el desarrollo de la primera función, sólo faltaba establecer para el futuro com- puesto su doble condición de ser suficientemente resistente para no sufrir la descomposición en solución ácida hirviente, y no obstante, ser lo bastante lábil para que fuese capaz de intercambiar 15 constantemente sus grupos funcionales.

Se presentaba por otra parte, la exigencia de establecer un óptimo poder emulsionante, que establece un límite en la reducción del peso molecular, con una actividad catalítica notablemente superior al Twitchell clásico. Se imponía, evidentemente, el uso 20 de un cuerpo base cuyo peso molecular fuese muy inferior al de aquellos que forman la base de aquél, lo cual permitiría una mayor concentración de grupos funcionales activos por unidad de peso.

Convencidos por la práctica de que no podríamos encontrar en el terreno graso-aromático un cuerpo que conjugase todas es- 25 tas exigencias, tuvimos la idea de pasar al campo terpénico, logrando en él la plena confirmación de nuestras ideas. Por lo que respecta al terreno práctico, la efectividad del nuevo reactivo es superior a la del clásico en sus dos aspectos más importantes: en el de precio y en el de velocidad.

30 Esencialmente el procedimiento que se reivindica consiste

190561

5. -



en lo siguiente: el reactivo se sintetiza sulfonando de la forma corriente en la industria una mezcla adecuada de cuerpos de constitución terpénica tal como se encuentran en los siguientes productos industriales:

- 5                   - colofonía; resina colofonía, pez rubia, Arcansón, etc.  
                  - aceites de destilación de la colofonía, denominación que engloba todos los productos obtenidos en la pirolisis inherente a la destilación de la colofonía.
- 10                   - trementina, terebentina, terebenteno, etc.  
                  - esencia de trementina; aguarrás, etc.  
                  - mezclas, en cualquier proporción, de las materias usadas,
- 15                   - resultado de modificar todos estos núcleos terpénicos por operaciones accesorias de oxidación, metilación, esterificación, etc.

La sulfonación se lleva a cabo en recipiente abierto, con agitador tipo planetario y en depósito resistente al ácido sulfúrico que se utilice. Este se añade lentamente en la proporción adecuada y una vez que el análisis denuncia el fin de la operación, se separa de las aguas ácidas por cualquiera de los métodos que consiguen hacerlo insoluble en dichas aguas.

Si se desea un reactivo sólido, es suficiente tratar con el cloruro alcalinoterreo elegido la disolución del terpenosulfonato, previamente neutralizada con álcali caústico.

25                   En cualquiera de estas dos formas detalladas, el reactivo se encuentra ya listo para su envasado y uso.

Dentro de las reivindicaciones que se establecen pueden seguirse diversas modalidades en la ejecución del procedimiento, tanto por la elección de las primeras materias entre las indica-

190561

6. -



5 das, como por los elementos auxiliares utilizados para llevar el proceso a cabo y por los detalles del modo de realizar las distintas operaciones, pero como ninguna de tales variaciones, así como las que puedan hacerse por razón de las distintas cantidades de reactivo que se deséen o por el grado de pureza de las sustancias utilizadas, afectan a la esencialidad reivindicada esos diversos procesos, en los que intervengan cualquiera de las modificaciones dichas, no serán si no variantes del procedimiento que se reivindica igualmente comprendidas y protegidas por el presente registro.

10 En esta idea el detalle que a continuación se expone de la marcha operativa a seguir no tiene carácter alguno limitativo, si no únicamente el de un ejemplo de realización que concrete con mayor claridad las características del procedimiento a que se refiere esta patente.

15 La síntesis del reactivo se lleva a cabo por medio de sulfonación de sustancias terpénicas como las anteriormente detalladas.

20 La operación se ejecuta en un depósito de paredes resistentes al ácido sulfúrico concentrado, así como a los ácidos sulfúrico fumante, clorosulfónico, peroximonosulfúrico, de Caro, peroxidisulfúrico y cloruro de sulfurilo. Tal depósito estará provisto de agitador de paletas de desplazamiento horizontal o vertical.

25 En la parte superior habrá dispuesto un depósito que contenga el agente sulfonante en cualquiera de sus modalidades detalladas y en el interior del depósito se dispondrá un serpentín, también protegido contra ácidos, y por el cual puede circular a voluntad vapor de agua o agua fría, con objeto de modificar la temperatura de acuerdo con la marcha del proceso.

30



Este control de temperatura puede también verificarse por el sistema de envoltura externa o camisa por cuyo interior circulan esos mismos agentes agua o vapor.

5 En la parte inferior del depósito (que adoptará la forma cónica para facilitar la separación final del reactivo terminado, y de las aguas ácidas) se dispone una salida con llave antiácida que sirve tanto para evacuar ésta como el reactivo listo para el uso.

10 Cuando se trata de obtener la sal alcalinotérrica de dicho reactivo, se dispone otro depósito de material corriente (no es preciso sea antiácido) en el que se lleva a cabo la disolución y precipitación subsiguiente como luego se detalla.

15 Para llevar a cabo la sulfonación se vierte en la cuba de sulfonación una mezcla de aceite de resina y de resina en proporciones que pueden variar entre 0 y 100 por ambas partes. Se espera siempre a que la colofonía esté en estado líquido o pastoso, precaución que no es necesario tomar, como es natural, cuando se tratan aceites de resina 100 %.

20 Cumplido este requisito, se abre la llave del depósito del ácido agente de la sulfonación y se deja caer el sulfúrico en chorro delgado sobre la masa, mientras se agita incesantemente. Se controla la temperatura para que no se produzcan recalentamientos peligrosos y se sigue añadiendo sulfúrico en una cantidad que puede oscilar entre un tercio y el doble del peso de los aceites, 25 de acuerdo con las diferentes características comerciales de los productos utilizados que se determinarán por previo análisis.

30 Así mismo es variable la temperatura a que ha de llevarse la operación, siempre de acuerdo con las citadas características. Se hace oscilar dichas temperaturas entre límites de 0° a 100°.

190561

8. -



Cuando se ha vertido la cantidad calculada de sulfúrico, se extraen muestras y se determina mediante análisis el grado de sulfonación. Cuando éste alcanza el valor deseado, se dá por terminada esta primera fase.

5 A continuación se procede a separar de la mezcla "reactivo-sulfúrico en exceso" ambos por cualquiera de los dos métodos habituales en la industria:

10 Dilución en agua: se vierte ésta sobre la citada masa hasta dos veces su volúmen y la separación se verifica automáticamente por no ser el reactivo soluble en ácido de mediana concentración.

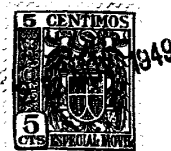
15 Dilución a mayor volúmen y saladura: se diluye la masa en más cantidad de agua (cinco a seis veces el volúmen de aquella) y se separa el reactivo por adición de sal común, sulfato sódico y otras sales industriales utilizadas en la industria con este fin.

20 En ambos casos queda el reactivo en la capa superior. Terminada la fase de estratificación se procede a abrir la llave inferior del depósito y se dá salida a las aguas ácidas residuales. En tal depósito queda entonces el reactivo presto para su envasado y uso.

25 Para obtener el reactivo en forma sólida, es decir, la sal bárica o cálcica de los ácidos terpeno-sulfónicos que forman la masa del reactivo, se lleva ésta a un depósito de disolución donde se la disuelve en agua; después se neutraliza con carbonato sódico o sosa caústica y se precipita por adición de cloruro bárico o cálcico.

Se separa el precipitado de las aguas madres por decantación o por filtrado; se seca y queda listo para el uso.

190561



9. -

N O T A

La presente patente, consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1. - Procedimiento para la obtención de un nuevo reactivo de desdoblamiento de grasas, caracterizado porque se le obtiene por síntesis sulfonando con ácido sulfúrico de elevada concentración una mezcla adecuada de cuerpos de constitución terpénica tales como: colofonía, aceites de su destilación (o productos obtenidos en la pirolisis inherente a la destilación de la misma) tre-  
10 mentina, esencia de trementina o cualquiera de sus sinónimos o de las mezclas procedentes de tomar en cualquier proporción las referidas sustancias o también el resultado de modificar todos esos núcleos terpénicos por operaciones accesorias de oxidación, metilación, esterificación, alquilación, cloración, nitración o  
15 análogas.

2. - Procedimiento, según lo reivindicado en el punto anterior, caracterizado porque la sulfonación de los referidos compuestos, mediante tratamiento con ácido sulfúrico concentrado, se realiza por el sulfúrico fumante de cualquier contenido en anhídrido sulfúrico libre, con el ácido clorosulfónico, con ácido de Caro, con ácido peroxidisulfúrico, con cloruro de sulfurilo y subsiguiente oxidación, así como con cualquier medio de sulfonación apropiado.

25 3. - Procedimiento, según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque la sulfonación de las sustancias terpénicas se ejecuta en un depósito de paredes resistentes al ácido sulfúrico concentrado que se utilice, provisto de agitador apropiado y en cuyo interior vaya dispuesto un serpentín también

190561

10. -



5 protegido contra ácidos, por el cual circule agua o vapor que proporcione la temperatura acorde con la marcha del proceso; vertiendo en el interior de tal depósito el agente sulfonante, en cualquiera de las modalidades indicadas, contenido en otro situado a nivel apropiado, mientras que el primero de dichos depósitos termina en su parte inferior en forma cónica con una llave anti-ácida apta para evacuar las sales residuales y el reactivo obtenido.

10 4. - Procedimiento, según los puntos anteriores, caracterizado porque la sulfonación se lleva a cabo vertiendo en la mezcla de aceite de resina y resina (proporciones variables de 0, a 100 % de cualquiera de ellas) y cuando ambas están en estado líquido o pastoso, un chorro delgado de sulfúrico, controlando la temperatura, para que no se produzcan recalentamientos, y añadiendo 15 tal sulfúrico en una cantidad que oscila, según las características comerciales de los productos utilizados, entre el tercio y el doble del peso de los aceites; manteniéndose también la temperatura de acuerdo con tales características.

20 5. - Procedimiento, según los puntos anteriores, caracterizado porque la separación del reactivo, del sulfúrico en exceso, se hace por dilución en dos veces su volumen de agua, o por dilución en cantidad doble o triple de ella y adición de sal común, sulfato sódico o equivalente, para en ambos casos, terminada la fase de estratificación, dar salida a las aguas ácidas residuales. 25

30 6. - Procedimiento, según los puntos anteriores, caracterizado porque, para obtener el reactivo en forma sólida, se lleva la masa obtenida a un depósito de disolución (de material corriente) en el que se la disuelve en agua, se neutraliza en carbonato sódico o sosa caústica y se efectúa la precipitación por

190561



11. -

adición de cloruro bórico o cálcico; separando el precipitado de las aguas madres por decantación o por filtrado.

7. - Procedimiento para la obtención de un nuevo reactivo de desdoblamiento de grasas -

5 Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

La cual consta de once hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 25 de Noviembre de 1949. -