



191725

191725

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña

a la solicitud de

Una PATENTE DE INVENCION por VEINTE AÑOS en ESPAÑA,

a favor de

DON RICARDO MARTINEZ CASANUEVA y DON ANTONIO MINGARRO

SATUE, residentes en MADRID, Claudio Coello, 90

por

UN PROCESO FISICO-QUIMICO PARA LA OBTENCION INDUSTRIAL

DE LAS CERAS PURAS CONTENIDAS EN LA ESPECIE VEGETAL

SACCHARUM OFFICINARUM.

Inventores: Los solicitantes, de nacionalidad española.

-----\*\*\*\*\*-----



5

La invención a que se refiere la presente Memoria, constituye una novedad industrial con características y ventajas que la hacen merecedora del privilegio de explotación exclusiva que por ella se solicita, de acuerdo con las prescripciones que establece el vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial de 26 de Julio de 1929, texto refundido, publicado el 30 de Abril de 1930.

10

Las plantas de especie *Saccharum Officinarum*, como otras muchas plantas que por vivir en climas tropicales tienen que protegerse contra las pérdidas de su humedad interior, se recubren, principalmente en la superficie exterior, de una fina capa impermeabilizada constituida por grasas ceras y gomorresinas en su mayoría que impiden la excesiva evaporación.

15

Estas capas de protección, cuya relación en peso con el total de la planta es pequeñísima, no pueden ser beneficiables industrialmente partiendo de la planta cruda, ya que su pequeño porcentaje en relación con la masa a tratar, hace antieconómico el proceso.

20

Como la *saccharum Officinarum* se beneficia industrialmente para la obtención de sacarosa, se ha estudiado un proceso original, cuya patente de invención se solicita, que hace posible el aprovechamiento industrial de la cera contenida en la *Saccharum Officinarum*, partiendo de los residuos, denominados "bagazos", después de haber sido sometida esta planta a las operaciones de desacarificación.

25

30

DESCRIPCION DEL PROCESO.- El proceso consta de las siguientes partes: PRIMERO; Preparación de los "bagazos". SEGUNDO; Percolación y extracción. TERCERO; Concentración del extracto y recuperación del disolvente. CUARTO; Purificación de la masa cérea. QUINTO; Suertes comerciales y envasado.

Se describen a continuación las diferentes partes del



proceso.

35

PRIMERO; PREPARACION DE LOS BAGAZOS.-

40

Los residuos, ya extraídos, están compuestos principalmente de la parte exterior fibrosa y de la interior, pulpa, de fibras mucho más cortas. Ambas tienen muy diferente riqueza en materias ceras, estando estas principalmente acumuladas en lo que constituyó la parte exterior de la planta, es decir en la parte fibrosa de los bagazos. Dada esta diferente riqueza en ceras, tiene gran importancia la preparación preliminar de los bagazos, que al efectuarla en la forma que a continuación se indica, logra el enriquecimiento necesario que permite su industrialización. Los bagazos, convenientemente desecados hasta determinado grado de humedad, se les somete a las operaciones siguientes:

45

50

a) Trituración.- Esta se efectúa mediante molinos trituradores que producen un desgarramiento de la zona fibrosa y un gran desmenuzamiento de la pulpa, quedando la masa triturada compuesta de dos partes, bien diferenciadas, que permiten la fácil operación siguiente.

55

b) Clasificación.- Con el material resultante de la operación anterior se procede a una clasificación, bien mediante el empleo de un tamizado mecánico a través de gajos de tamices convenientemente seleccionados, o bien una clasificación edúica mediante ciclones y clasificadores de aire.

60

Con estas operaciones se logra la separación de los residuos ricos en ceras, útiles para su beneficio, de aquellos otros, que por su gran pobreza hacen antieconómica la industrialización de los bagazos por proceso de extracción, si no son sometidos a las operaciones que acaban de describirse.

65

SEGUNDO; PERCOLACION Y EXTRACCION.-

El material preparado ya por las anteriores operaciones



70

exige, para el logro de ceras de calidad comercial, un tratamiento previo a la extracción propiamente dicha, y que constituye la primera fase de las dos que a continuación exponemos:

75

a) Fase de percolación.- Tiene por objeto esta fase la separación de todas aquellas impurezas (principalmente azúcares, gomas y gomorresinas), que en proporción de un diez a un quince por ciento quedaron impregnado el material después de la extracción de la sacarosa y que de no ser separados previamente, hacen muy difícil la posterior purificación de la cera, obteniéndose un producto de baja calidad.

80

El material preparado se introduce en reactores, provistos de agitación y calefacción exterior y se le somete a la acción de disolventes selectivos (que no ejerzan acción sobre las ceras, pero sí sobre las impurezas de composición antes descrita, siendo estos disolventes principalmente agua, alcoholes y mezclas hidroalcohólicas) durante el tiempo y temperatura adecuados señalados en el laboratorio para cada clase particular de bagazo y disolvente. Esta percolación puede ser efectuada en frío o alternativamente en caliente y frío, o emplearse otros disolventes de los arriba citados, sin que por ello varíe la esencia del tratamiento.

85

90

La operación finaliza con la completa recuperación del disolvente retenido por la masa tratada.

95

b) Fase de extracción.- Separado el percolado, la masa semipurificada, se carga en extractores provistos de bandejas perforadas, montados en baterías formadas por el número de unidades preciso y se procede a la introducción del disolvente apropiado, en contra-corriente; la operación se conduce en caliente a temperaturas obligadas por el punto de ebullición de aquél o de sus eutécticos, en caso de utilizar



100

mezclas determinadas; con algunos disolventes se opera en frío de acuerdo con la técnica habitual en este tipo de operaciones físico-químicas. La naturaleza química del disolvente empleado, no entra en juego para la esencia del proceso y se pueden emplear en la extracción cualquiera de los siguientes: benceno, tolueno y xileno y sus mezclas comerciales conocidas con los nombres de benzol, toluol y xilol; los derivados ligeros de la destilación del petróleo, como éter de petróleo, gasolina, bencinas y white-spirit, etc.; dicloroetileno, tricloroetileno, cloroformo, tetracloruro de carbono y sulfuro de carbono; alcohol ordinario y mezclas hidroalcohólicas, acetona, éter sulfúrico, tetralinas o decalinas; acetatos de etilo, amilo, butilo, etc. Como se comprende, dada la gran variedad de disolventes aplicables, la marcha de la extracción, por lo demás análoga en esencia y fundamento, varía en detalle de las condiciones térmicas y de presión, entre límites amplios que han de fijarse con precisión desde el laboratorio de control.

105

110

115

120

La batería de extracción posee las tuberías, llaves etc., precisos para aislar cualquiera de sus elementos sin interrumpir la marcha de la misma y para canalizar debidamente los fluidos (disoluciones diluidas y concentradas, disolvente puro, aire comprimido, vapor de agua, refrigeración etc.).

125

Antes de efectuar la descarga de la unidad agotada, se procede a la total recuperación del disolvente, que empapa los residuos, mediante la inyección directa de vapor de agua a presión en la masa extraída; los vapores condensados se dirigen a un depósito especial en el que se separa el agua condensada por decantación en vaso florentino, si el disolvente no es miscible con ella, o para su posterior destilación fraccionada en caso contrario.

130



135

El extracto retirado del fondo del elemento que ocupa el último lugar de la serie, convenientemente filtrado, alimenta el concentrador que describimos en el apartado siguiente:

140

145

150

155

160

165

TERCERO: CONCENTRACION DEL EXTRACTO Y RECUPERACION DEL

DISOLVENTE.- Los extractos procedentes de la operación anterior son enviados por canalización a propósito, por gravedad o por diferencias de presión en los extremos de las tuberías, al depósito colector de un concentrador provisto de calefacción y capaz de funcionar a presión reducida, si conviene, que puede recibir un chorro de vapor acuoso en el seno de la masa líquida: eliminada la mayor parte del disolvente por calefacción de la masa, se inyecta vapor directo. Este vapor arrastra el disolvente, y juntos vapores de agua y disolvente- se condensan en un refrigerante de capacidad de enfriamiento conveniente: si los líquidos obtenidos no son miscibles, se decantan en un vaso florentino que permite separar el disolvente puro para conducir-lo al colector general y de allí vuelve a entrar en el ciclo de extracción; si son miscibles, se logra su separación por destilación fraccionada en aparatos continuos o discontinuos.

CUARTO: PURIFICACION Y DECOLORACION DE LA MASA CEREAL.

El producto obtenido del concentrador, que se encuentra después de eliminado el disolvente, en suspensión en medio acuoso, está formado en su mayor parte por cera, pero le acompañan todas las impurezas solubles en el disolvente de extracción que existían en la masa original. La purificación de esta mezcla, puede llevarse a diferentes grados, de acuerdo con la variedad de suertes comerciales no perfectamente diferenciadas por los consumidores; en unos casos basta un simple lavado con disolventes colectivos, mejor a temperaturas ligeramente superiores a la de fusión



170

de la cera; en otros es suficiente una decoloración mediante tierras absorbentes o carbón o carbón activo en estado de fusión, con filtración posterior en caliente a presiones superior o inferior a la atmosférica. Para obtener el producto de gran pureza, necesario en algunas de sus aplicaciones técnicas, se debe recurrir a un método físico-químico cuyas principales fases se resumen a continuación:

175

a) la suspensión acuosa procedente del concentrador, se enfría fuertemente hasta temperatura inferior a 10° c., con lo cual las ceras se solidifican y se separan del agua por filtrado rápido.

180

b) De acuerdo con la riqueza en cera, se prepara por fusión, a temperatura poco superior al punto de fusión, una mezcla adecuada con hidrocarburos parafínicos; la proporción hidrocarburo/cera la determina el laboratorio de control.

185

c) Se efectúa una emulsión muy dispersa de la masa y después se realiza la saponificación de la misma con la cantidad precisa de iones  $\text{OH}^-$ , de acuerdo con el índice de saponificación que la mezcla presenta: en estas condiciones se procede a la decoloración, si conviene, mediante oxígeno nascente, tierras absorbentes o carbón activo; mantenida la mezcla a temperatura constante durante un tiempo bien establecido, se obtienen probetas que nos indican en que instante la operación puede darse por concluida.

190

d) Entonces se procede a la separación del jabón, el cual regenera la cera mediante neutralización conveniente con iones H, en un estado de gran pureza.

195

QUINTO: SUERTES COMERCIALES Y ENVASADO. Las ceras purificadas o procedentes directamente de la fase de recuperación del disolvente, según demanda, se pueden presentar al mercado en dos formas habituales: en panes o en escamas. Para obtener los panes se vierten, fundidas sobre moldes



200

metálicos adecuados, de tamaño apto para el fácil envasado; las escamas exigen la preparación de láminas finas, de rápido enfriamiento y troceado mecánico posterior, para suministrar ambas suertes en tambores de madera, sacos tupidos u otro envase equivalente.

205

VENTAJAS DEL PROCESO.-

El proceso, cuyas diferentes fases se detallan, presenta una serie de ventajas que hacen industrializable la extracción de las ceras contenidas en la especie *Saccharum Officinarum* y que pueden resumirse en las siguientes: En primer lugar la preparación previa con su clasificación, que permite separar las fracciones ricas en ceras, haciendo económico el proceso de extracción

210

al aumentar el rendimiento y disminuir el volumen de instalación, consumo de disolventes, vapor, etc. En segundo lugar la fase de percolación, anterior a la extracción propiamente dicha, que mediante el empleo de disolventes selectivos, elimina las impurezas y permite introducir en los extractores materia prima apta para producir extractos cerosos de gran pureza, reduciendo el tiempo de extracción con la economía consiguiente en el consumo de disolventes, vapor, jornales etc. Como tercera ventaja presenta la recuperación casi cuantitativa del disolvente utilizado, mediante el empleo adecuado de inyecciones directas de vapor de agua en las masas tratadas y en el extracto. Finalmente como ventaja del proceso está la purificación química de la masa extraída, formada por ceras, pentosas y pentosanas y grasas, permitiendo la simultánea decoloración de cera hasta el grado requerido por el comercio, por verificarse dicha purificación en emulsiones saponificables de las que es fácil tanto la decoloración como la recuperación de la cera ya pura por rompimiento de la emulsión mediante acidificación conveniente. La reunión en un solo proceso de las anteriores ventajas, hace posible la industrialización por extracción

215

Finalmente como ventaja del proceso está la purificación química de la masa extraída, formada por ceras, pentosas y pentosanas y grasas, permitiendo la simultánea decoloración de cera hasta el grado requerido por el comercio, por verificarse dicha purificación en emulsiones saponificables de las que es fácil tanto la decoloración como la recuperación de la cera ya pura por rompimiento de la emulsión mediante acidificación conveniente. La reunión en un solo proceso de las anteriores ventajas, hace posible la industrialización por extracción

220

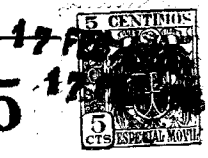
Finalmente como ventaja del proceso está la purificación química de la masa extraída, formada por ceras, pentosas y pentosanas y grasas, permitiendo la simultánea decoloración de cera hasta el grado requerido por el comercio, por verificarse dicha purificación en emulsiones saponificables de las que es fácil tanto la decoloración como la recuperación de la cera ya pura por rompimiento de la emulsión mediante acidificación conveniente. La reunión en un solo proceso de las anteriores ventajas, hace posible la industrialización por extracción

225

Finalmente como ventaja del proceso está la purificación química de la masa extraída, formada por ceras, pentosas y pentosanas y grasas, permitiendo la simultánea decoloración de cera hasta el grado requerido por el comercio, por verificarse dicha purificación en emulsiones saponificables de las que es fácil tanto la decoloración como la recuperación de la cera ya pura por rompimiento de la emulsión mediante acidificación conveniente. La reunión en un solo proceso de las anteriores ventajas, hace posible la industrialización por extracción

230

Finalmente como ventaja del proceso está la purificación química de la masa extraída, formada por ceras, pentosas y pentosanas y grasas, permitiendo la simultánea decoloración de cera hasta el grado requerido por el comercio, por verificarse dicha purificación en emulsiones saponificables de las que es fácil tanto la decoloración como la recuperación de la cera ya pura por rompimiento de la emulsión mediante acidificación conveniente. La reunión en un solo proceso de las anteriores ventajas, hace posible la industrialización por extracción



17 191725

de las ceras contenidas en la planta Saccharum Officinarum.

235

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

N O T A

240

En resumen: La Patente de Invención cuyo registro se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

245

1ª.- Un proceso físico-químico original, para preparar los residuos, denominados "bagazos" de la planta Saccharum Officinarum, después de haber sido sometida a las operaciones de desacarificación, constituido esencialmente por una trituración con desgarramiento de las partes fibrosas, con posterior clasificación (mediante tamices o clasificadores de aire) de los productos resultantes que conduce a un enriquecimiento en ceras de los mismos en proporción altamente favorable, capaz de permitir la industrialización del proceso de extracción de las ceras.

250

2ª.- Un proceso físico-químico, según las reivindicación 1ª, caracterizado por una percolación de la masa obtenida en el proceso que motiva la reivindicación mencionada mediante el empleo de disolventes selectivos, que permiten la separación previa de las impurezas nocivas a la bondad final del producto, muy difíciles de separar al final del proceso.

255

3ª.- Un proceso físico-químico, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por una extracción en caliente de la masa pulverulenta obtenida por el proceso que motiva la reivindicación primera, mediante disolventes o mezclas de los mismos, principalmente de los denominados benceno tolueno, xileno y sus mezclas comerciales, conocidas con los nombres de benzol, toluol y xilol; los derivados

260



265

ligeros de la destilación del petróleo, como éter de petróleo, gasolina, bencina y white-spirit; alcohol ordinario o mezclas hidroalcohólicas, acetona, éter sulfúrico, tetralinas y decalinas; dicloroetileno, tricloraetileno, cloroformo,

270

tetracloruro de carbono y sulfuro de carbono; acetatos de etilo, butilo y amilo; los cuales, aplicados en condiciones específicas de presión y temperatura, extraen de la masa pulverulenta, la cera que la impregna.

275

4<sup>o</sup>.- Un proceso físico-químico, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el uso de los disolventes benceno, tolueno, xileno y sus mezclas comerciales conocidas con los nombres de benzol, toluol y xilol respectivamente;

280

los derivados ligeros de la destilación del petróleo, éter de petróleo, gasolina, bencina y white-spirit; dicloroetileno, tricloraetileno, cloroformo, tetracloruro de carbono y sulfuro de carbono; alcohol ordinario o mezclas hidroalcohólicas, acetona, éter sulfúrico, tetralinas y decalinas;

285

acetatos de etilo, butilo y amilo; aplicados sobre la masa pulverulenta de los residuos denominados "bagazos" procedentes de la desacarificación de las plantas pertenecientes a la especie vegetal *Saccharum Officinarum*, extraen los productos cerosos que impregnan sus tejidos vegetales en condiciones que permiten su recuperación industrial.

290

5<sup>o</sup>.- Un proceso físico-químico, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por una recuperación del disolvente utilizado en la extracción, mediante inyección directa de vapor de agua a presiones ordinaria o reducida, en las masas extraídas y en los productos de la extracción, que permite una recuperación casi cuantitativa del disolvente o de las mezclas de disolvente empleadas.

295

6<sup>o</sup>.- Un proceso físico-químico, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por la purificación del pro-

191725



- 11 -

300

ducto céreo obtenido por extracción y su decoloración sucesiva y simultánea, en estado de emulsión en mezcla con hidrocarburos parafínicos, saponificación, decoloración de los jabones obtenidos, separación del jabón puro e hidrólisis ácida, que permite la separación de la cera decolorada y con alto grado de pureza.

305

7ª.- Se reivindica, por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita, UN PROCESO FISICO-QUIMICO PARA LA OBTENCION INDUSTRIAL DE LAS CERAS PURAS CONTENIDAS EN LA ESPECIE VEGETAL SACCHARUM OFFICINARUM.

310

Todo conforme queda descrito en la presente Memoria, que consta de once páginas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 17 de Febrero de 1950

ALFONSO UNGRIA