

193942

127 JUL



PATENTE DE INVENCION

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

193942

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOBRE:

"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE LOS PRODUCTOS RESINOSOS  
CONTENIDOS EN LOS SARROS RESINOSOS".

SOLICITANTE: DON EUSEBIO ELOY CARO RODRIGUEZ, de naciona-  
lidad española, residente en : General Franco,  
11, VALLADOLID.

La invención se refiere a un nuevo procedimiento de obtención de los productos resinosos contenidos en los sarros y residuos resinosos.

- Se vienen empleando los sarros como primera materia,
5. para la obtención de pez o brea de resina en las pegueras, para lograr la extracción de los productos resinosos en ellos contenidos. Asimismo, encuentran aplicación, sin manipulaciones previas, en la Industria de aglomerados de menudos del carbón.
  10. La primera utilización (extracción de productos re-



117 JUL 5

sinosos) lleva aparejada un uso inadecuado de primera materia y, además, una pérdida considerable de la misma. Estos inconvenientes han sido soslayados en el nuevo procedimiento que se propone, como se va a demostrar.

15. En la peguera se da fuego a los mismos sarros y mediante una escasez de tiro adecuada se logra una combustión incompleta, o mejor parcial, que cede el calor suficiente para provocar la exudación de la pez. Ahora bien, es obvio demostrar que la utilización de derivados de la miera o trementina como combustible es antieconómico. Este es el uso inadecuado de materia prima que anteriormente se dice.

- Esta utilización inadecuada, que implica ya un despilfarro económico considerable, es pequeño frente a las pérdidas enormes de primera materia que se producen en las pegueras.
25. Encendida la peguera, se producen temperaturas altas, como prueba el que en la pez se encuentren los hidrocarburos componentes de los aceites de resina y que se forman a temperaturas superiores a 290°C. Estas temperaturas provocan la evaporación rápida de la esencia, cuyo punto de ebullición es de 159°C. para la Industrial y que no se quemará completamente por la deficiencia de oxígeno y que entrará en combustión a su salida con los humos al contacto con la atmósfera, perdiéndose así inútilmente gran cantidad de energía calorífica. Así pues, se pierde gran cantidad de esencia que
30. si bien se quema, la utilización de la energía producida es nula, además de olvidar que la esencia es precisamente la parte más preciada de los derivados.

- La gran cantidad de impurezas, tanto orgánicas como inorgánicas (tierra, corteza, madera, hoja, etc.) que
40. contienen los sarros, retiene en gran cantidad la materia

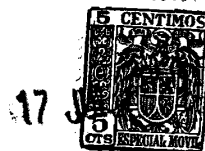


útil que se quemará finalmente sin utilidad alguna.

45. El nuevo procedimiento, que es objeto de esta patente de invención, salva eficazmente los inconvenientes dichos, ya que durante su proceso se utilizan combustibles de uso corriente (carbón o leñas) y, además logra prácticamente la total extracción de los productos resinosos contenidos en los sarros.

50. El procedimiento, según la invención se basa en la extracción por disolvente, siendo aplicable a éste por tanto toda la teoría conocida sobre tales procesos, teniendo como es natural operaciones originales de manipulación encuadradas perfectamente dentro de las ideas científicas actuales y de efectividad práctica, como se ha comprobado mediante experiencias cuidadosas, tanto de Laboratorio como de tipo  
55. Industrial.

60. El disolvente usado es la esencia de trementina o aguarrás, porque reúne las condiciones técnicas más propicias: primero, que disuelve los productos resinosos fácilmente y en todas las proporciones; segundo, que por ser un derivado de la miera no se introducen productos ajenos a la industria resinera en el proceso; tercero, porque al encontrarse tal disolvente en los sarros la cantidad que éstos contengan coopera a la manipulación evitando además las separaciones enojosas de disolvente y soluto por medios ajenos a  
65. la industria, y cuarto, porque así se evita la pérdida de disolvente que necesariamente se produce en toda esta serie de procesos, ya que la parte contenida en los sarros, compensa sobradamente tal pérdida, hasta el punto de lograrse un "superavit" de enriquecimiento de cantidad de disolvente, como  
70. han probado las experiencias hechas.



El tratamiento se hace en una caldera cerrada con condensador de reflujo (lleva juego de llaves para que el refrigerante no trabaje a reflujo, sino en la forma corriente de recogida de líquidos condensados) y una salida inferior con llave que conduce a un sistema de filtros por los que pasarán los líquidos procedentes de las extracciones. Su sistema de calefacción es de vapor indirecto mediante serpentín, a cuatro kilogramos por centímetros cuadrado de presión. Lleva también un tubo de inyección de vapor de agua a idéntica presión.

La pequeña cantidad de agua contenida en los sarros suele ser suficiente (si no lo fuese bastaría enviar durante unos minutos una corriente de vapor de agua por el tubo de inyección), para que se verifique el proceso de la destilación por arrastre, fundado en la Ley de Dalton y que dice que si tenemos dos líquidos no miscibles en presencia y se les calienta, las tensiones de los vapores de cada uno de los líquidos se suman y cuando esta suma equilibre la presión ejercida sobre ellos (en este caso la atmosférica) entrarán los líquidos en ebullición a una temperatura, como es lógico, inferior al punto de ebullición del que le tenga menor de los dos líquidos, ya que necesariamente antes de llegar al punto de ebullición del más volátil habrá una temperatura para que la suma de tensiones iguale la presión ejercida sobre ellos, siendo esta condición necesaria y suficiente para que la ebullición se verifique. Para el sistema agua-aguarrás, esta temperatura es de 95-96° C. a 760 milímetros de Hg. de presión. La proporción en que se encuentran los vapores en la fase vapor de la mezcla, la da la regla de la relación molecular establecida por Avogadro y que aplicada a este caso

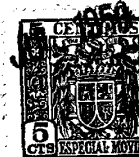


resulta ser de 57,3% de esencia y de 42,7% de agua.

105. Por reflujo el agua inicial volverá constantemente a la caldera y de esta forma, la temperatura será siempre inferior a 100° C., que es suficiente para una buena y pronta disolución, evitándose así la pirogenación de parte del producto útil y una irradiación de calor inevitable si se trabajase a temperaturas más altas.

110. El disolvente total empleado es aproximadamente el 80% del peso de los sarros. Se hacen cuatro extracciones por que así lo aconseja la Ley de Berthelot del coeficiente de reparto, ya que esta fase de la manipulación no es más que un caso particularísimo de tal ley, puesto que podemos considerar que el soluto (productos resinosos) se distribuye entre la parte que fluirá después de cada manipulación a través del sistema de filtros y la parte que quedará impregnando la materia residual. La cantidad de disolvente de impregnación es 115. aproximadamente del 10% del peso de los sarros. Es un caso particularísimo puesto que la ley citada se cumple ampliamente, ya que la condición precisa para ellos es que el soluto 120. tenga la misma magnitud molecular en los dos líquidos disolventes y como en este caso es el mismo, es claro que tal condición se cumplirá absolutamente. Por ser el mismo líquido disolvente el que disuelve en las dos partes consideradas, el soluto, es claro que el coeficiente de reparto es igual a 125. la unidad, circunstancia que simplifica la Ley de Berthelot.

El disolvente se emplea así: primera extracción; se hará el tratamiento con el 30% del peso de los sarros, fluyendo después a través del sistema de filtros el 20% acompañado de la parte que haya disuelto, quedando el 10% de disolvente impregnando los residuos; segunda extracción con el 20% 130.



- de disolvente más el 10% que quedará de impregnación; tercera extracción, como la segunda y cuarta extracción con el 10% de disolvente más el 10% que quedará de impregnación en la tercera. El 10% de impregnación corresponde a un valor
135. medio, ya que a medida que avanza el proceso de extracción disminuye la riqueza y concentración de productos resinosos, siendo su adherencia cada vez más pequeña, de modo que en la primera extracción quedará más del 10%, pero en la última la cantidad será inferior a esta cifra. En la última extracción
140. se emplea solo el 10% basándonos precisamente en el gran agotamiento del producto resinoso producido en los sarros por las tres extracciones previas.

- El hecho de esta mejor adherencia al final de la manipulación unido a la propiedad del disolvente empleado y características del soluto que hace que su disolución tenga
145. lugar en todas las proporciones, hace que los líquidos provenientes de las dos últimas extracciones se empleen en la primera y segunda extracción de la manipulación siguiente, circunstancia que no empeora prácticamente la extracción y
150. conduce a la gran ventaja de rebajar en un 30% del total del disolvente empleado, la operación de recuperación de éste. Así se evitan pérdidas y encontramos la utilidad del ahorro de la energía térmica necesaria para el proceso de recuperación en dicho 30% o más.

155. Los líquidos procedentes de la primera y segunda extracción se someten a destilación para la recuperación del disolvente y aprovechamiento del disolvente que se encuentra en los sarros, por el método corriente de destilación en corriente de vapor de agua por arrastre, usado normalmente en
160. la industria resinera.



Extraído el disolvente, queda un residuo sólido, pero algo adherente al tacto, de composición muy análoga a la colofonia, pues existe en él gran cantidad de ácido abietico, encontrándose, además terpenos (cimeno, tepiloleno, etc., p.e. alrededor de 170°C.) alcoholes terpénicos (terpineol, borneos, etc., p.e. aproximadamente 200°C), compuestos fenólicos, etc., constituyentes todos ellos de los aceites y esencias de madera, pino, hojas, etc., procedentes sin duda de tales materias contenidas en los sarros.

170. La anterior circunstancia aconseja la transformación del residuo seco en aceites, puesto que a tal residuo no se le puede considerar como colofonia, pues para lograr la eliminación de los aceites y esencias a que antes se hace mención, habría que calentar a temperaturas suficientemente altas en que tendría lugar la transformación inicial de la colofonia. Este residuo seco que someteremos después a destilación, representa aproximadamente el 25% del peso bruto de los sarros.

Sometido a destilación tal residuo, hemos obtenido, referido todo al peso bruto de los sarros, un 3% de aceites ligeros de pino, madera, hojas, etc. acompañado como es natural, de la parte de pinolina procedente de la descomposición del ácido abietico por el calor de la colofonia; un 18% de aceites de resina, coloreados, como es natural, por los colorantes orgánicos arrastrados en el proceso de extracción.

185. La parte de aguarrás, (10% aproximadamente), que impregnan los residuos, se extrae completa, fácil y rápidamente enviando una inyección de vapor de agua a través de los residuos a cuatro kilogramos por centímetro cuadrado de presión, basándose en las leyes que rigen la teoría de destilación por

190.

193942

17 JUL



arrastre a que se hace mención y de uso tan normal en la industria resinera. Para este caso, la disposición adecuada de juego de llaves, hace que el condensador de reflujo envíe sus líquidos mediante un plato a un serpentín de enfriamiento, para su normal recogida.

195. Sentados los anteriores precedentes, llegamos a la conclusión de que obtenemos gran ventaja en el nuevo método. La cantidad de aguarrás recuperada excede en un  $2\frac{1}{2}\%$  a la cantidad empleada y el residuo seco es como dijimos del 25%. En total se obtiene un 27'50% del peso de los sarros de productos resinosos, mientras que en el sistema corriente de pegueras no se consiguen nunca cantidades superiores al 14% de tales productos y no olvidemos que no se obtiene por este método nada de aguarrás que es el producto más caro procedente de la inmediata destilación de la miera. Por el método que exponemos obtenemos un 2'50%. En cuanto al residuo seco es claro que mientras en nuestro método es bastante puro, en el de pegueras la pez llevará ocluidas materias inorgánicas y carbonosas, ya que no ha lugar a un proceso de filtración que lo impida.

200. El rendimiento, puesm del nuevo método duplica la cantidad de materia prima obtenida útil, entendiendo que éste solo hecho representa una gran ventaja para la economía Nacional y, a mayor abundamiento, vemos anteriormente que obtenemos productos de más pureza técnica.

- N O T A -

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica se hace constar que los procedimientos anteriormente descritos son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin



que por ello se altere el principio fundamental del invento, siendo lo que constituye la esencia del mismo y por lo que se solicita Patente de invención por veinte años en España:

225. "Procedimiento de obtención de los productos resinosos contenidos en los sarros resinosos"; caracterizándose por lo siguiente:

1º - Procedimiento de obtención de los productos resinosos contenidos en los sarros resinosos, caracterizándose porque, utilizándose combustibles de uso corriente como carbón o leñas, se emplea como disolvente de los sarros la esencia de trementina o aguarrás, por disolución en caliente y a reflujo y filtración.

2º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación precedente, caracterizándose porque se consigue la recuperación del disolvente empleado, por destilación en corriente de vapor de agua y por arrastre, tanto en los líquidos extraídos como en el residuo impregnado que queda en la caldera.

3º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque se destila el residuo seco que queda de los líquidos extraídos después de la eliminación del disolvente, para obtener los aceites y esencias en él contenidos o derivados de los productos que encierra, siendo fundamentalmente el aceite de resina el que se quiere obtener.

4º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el tratamiento se hace en una caldera con condensador de reflujo y una salida inferior con llave que conduce a un sistema de filtros por los que pasan los líquidos procedentes de las extracciones



con sistema de calefacción por vapor indirecto mediante ser-  
pentín a cuatro kilogramos por centímetro cuadrado de presión  
y un tubo de inyección de vapor de agua a idéntica presión.

255. 5º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el disolvente total empleado es aproximadamente el 80% del peso de los sarros, haciéndose cuatro extracciones del coeficiente de reparto, siendo aproximadamente del 10% del peso de los sarros la cantidad del disolvente de impregnación.

260. 6º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque en las cuatro extracciones del coeficiente de reparto, el disolvente se emplea así: primera extracción, se hace el tratamiento con el 30% del peso de los sarros, fluyendo después a través del sistema de filtros el 20% acompañado de la parte que haya disuelto, quedando el 10% de disolvente impregnando los residuos; segunda extracción, con el 20% de disolvente más el 10% que quedará de impregnación; tercera extracción, como la segunda y cuarta extracciones, con el 10% de disolvente más el 10% que quedará de impregnación en la tercera, correspondiendo dicho 10% de impregnación a un valor medio.

270. 7º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque los líquidos provenientes de las dos últimas extracciones se emplean en la primera y segunda extracción de la manipulación siguiente, con la gran ventaja de producir en un 30% del total del disolvente empleado la operación de recuperación de éste, evitándose así pérdidas y obteniéndose la utilidad del ahorro de la energía térmica necesaria para el proceso de recuperación, en dicho 30% o más.

275.

280.



285. 8º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque los líquidos procedentes de la primera y segunda extracción se someten a destilación para la recuperación del disolvente que se encuentra en los sarros, por el método de destilación en corriente vapor de agua por arrastre.

290. 9º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque extraído el disolvente, queda un residuo sólido, algo adherente al tacto, de composición muy parecida a la colofonia, encontrándose, además, terpenos alrededor de 170°C., alcoholes terpénicos aproximadamente a 200°C., compuestos fenólicos y similares, constituyentes todos ellos de los aceites y esencias de madera, procedentes de tales materias contenidas en los sarros.

300. 10º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el residuo seco, que representa aproximadamente el 25% del peso bruto de los sarros, se transforma en aceites, sometiéndole a destilación, obteniéndose un 3% de aceites ligeros de pino, madera y similares, acompañado de la parte de pinolina procedente de la descomposición del ácido abiético por el calor de la colofonia; un 18% de aceites de resina, coloreados por los colorantes orgánicos arrastrados en el proceso de extracción, siendo aquellos porcentajes referidos al peso bruto de los sarros.

310. 11º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque la parte de aguarrás, 10% aproximadamente, que impregna los residuos se extrae completa, fácil y rápidamente, enviando una inyec-

17 JUL. 1950



ción de vapor de agua a través de los residuos, a cuatro kilogramos por centímetro cuadrado de presión.

12º - Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque se recupera el aguarrás en más del 2'50% de la cantidad empleada, obteniéndose en total un 27'50% de productos resinosos, en relación con el peso bruto de los sarros.

13º - Procedimiento de obtención de los productos resinosos contenidos en los sarros resinosos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria, que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

17 JUL. 1950

EUSEBIO ELOY CARO RODRIGUEZ

Per Poder de J. GOMEZ EUSEBIO