

196843



MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

PATENTE DE INTRODUCCION

EN

ESPAÑA

por diez años

a favor de N. V. OCTROOLEN MAATSCHAPPIJ "ACTIVIT"  
(Société Anonyme Néerlandaise)

con domicilio en AMSTERDAM (Pays-Bas) Nieuwendammerkade 1-3  
de nacionalidad Holandesa

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE SOLUCIONES  
AZUCARADAS"

y que tiene por origen Una Patente depositada en los Países  
Bajos en 18 de Octubre de 1.939.

196843



5 La purificación corriente de líquidos azucarados, se realiza por medio de cal, que se precipita en el líquido por el ácido carbónico, o el ácido sulfuroso, mediante carbón activo, kieselguhr, (tierra de infusorios), etc.

Sin embargo, está lejos de conseguirse el ideal de una buena purificación, a saber, la eliminación de, prácticamente, todas las materias distintas del azúcar, de las sales orgánicas e inorgánicas, etc.

10 Por ejemplo, el jugo o líquido obtenido en la industria del azúcar de caña y de remolacha, después de una purificación intensiva con objeto de eliminar las materias precipitadas, contiene todavía, por 100 partes de materias fijas, además de 90 a 93% de sacarosa, 7 á 10% de  
15 "no-azúcares". Además, no todo el azúcar contenido en la melaza es cristalizable, y el 50% del peso de ésta está constituido por sacarosa.

De acuerdo con este invento se limpia prácticamente por completo el líquido azucarado de sus impurezas poniéndole sucesivamente en contacto con materias dotadas de una capacidad de fijación polar con respecto a composiciones de átomos cargadas negativamente, y con materias dotadas de una capacidad de fijación con respecto a composiciones de átomos positivamente cargadas y prácticamente sin solubilidad. Además, estas materias tienen generalmente una determinada capacidad de adsorción y el poder de fijar determinadas materias por la condensación o por otros fenómenos.

25 Por consiguiente, estas materias pueden fijar, no solamente aniones y cationes, sino también grandes composi  
30

195843



ciones de átomos y de no-electrolitos.

Esto puede comprobarse especialmente si se trata, de acuerdo con este invento, la melaza en la que se hayan acumulado todos los "no-azúcares", de modo tal que su peso se eleve de 30 á 40% del peso de materias secas. Es cierto que en los "no-azúcares" existen sales de álcalis fuertes (alrededor del 20% del peso de los no azúcares son sales de potasa, calculadas al estado de  $K_2O$ ; el 2,5% son sales de sodio calculadas al estado de  $Na_2O$ ; existe también una proporción de bases inorgánicas más débiles y el 0,5% son sales de ácidos orgánicos enérgicos), pero alrededor del 75% está compuesto por sales de ácidos orgánicos más débiles y de materias orgánicas no-electrolíticas (esteres, albúminas, productos de descomposición de albúminas, etc.).

Todas estas materias pueden eliminarse de modo sencillo en mayor cantidad por el procedimiento que constituye el objeto de este invento, como se desprenderá de los ejemplos que figuran al final de la descripción. Es sorprendente que los ácidos orgánicos y las bases, aunque estén poco disociadas y formen grandes composiciones de átomos, se dejan eliminar tan bien como las materias inorgánicas fuertemente disociadas, que tienen una gran afinidad para las materias aplicadas de acuerdo con este invento.

Si la reacción se basara en el cambio de iones, podría esperarse que no se dejaran eliminar en presencia de estas materias inorgánicas fuertemente disociadas. La fijación de estas materias debe ser probablemente, por tanto, de naturaleza complicada. Deben intervenir

195843



fenómenos de adsorción y de condensación.

En relación con la adsorción tiene importancia la estructura de estas materias. La decoloración, especialmente por el tratamiento con materia dotada del poder de fijar polarmente las composiciones de átomos cargadas negativamente, es enorme y mayor que la que puede obtenerse con cualquier agente de decoloración común. Por esta razón este invento tiene una gran importancia desde el punto de vista práctico ya que, en la práctica, no se disponía aún de agentes de decoloración de una potencia tal.

El hecho de que las materias pueden regenerarse por completo en una manipulación sencilla por contacto con una solución de productos químicos, es también extremadamente importante. Con el negro animal solo se verifica una regeneración muy incompleta de esta materia, ya que únicamente puede tratarse el negro animal con soluciones débiles de productos químicos, por ejemplo sosa, ácido clorhídrico, etc. a ello se debe que el negro animal, finalmente, deba calentarse siempre fuera del contacto del aire, lo cual constituye una manipulación cara y complicada que, además, no proporciona una regeneración completa, aparte de dar lugar a una pérdida considerable de negro animal.

Existen muchas materias que tienen un poder de fijación polar con respecto a composiciones de átomos respectivamente cargadas negativamente y positivamente, prácticamente insolubles en las condiciones de empleo y aptas para la aplicación en el procedimiento de este invento.

195843



Entre las materias inorgánicas, son conocidas las zeolitas, que pueden fijar los cationes. Sin embargo, a causa del hecho de no resistir al ácido, no se las puede emplear. Las materias que se forman durante la  
5 reacción del ácido sulfúrico y de deshidratantes equivalentes, con una materia carbonífera, por ejemplo la hulla a una temperatura poco elevada, son extremadamente útiles (ver, entre otras, las Patentes francesas nº 784.348 del 19 de Enero de 1.935 y 778.922 del 26  
10 de Septiembre de 1.934).

Además, para la fijación polar de composiciones de átomos cargadas positivamente, pueden emplearse muchas resinas sintéticas, por ejemplo las que se obtienen por la condensación de aldehidos y de fenoles uni- o po-  
15 livalentes, de resorcina, de tanino, etc.

Para la fijación polar de composiciones de átomos cargadas negativamente, se conocen desde hace mucho tiempo gran número de bases llamadas "de Schiff", y pueden utilizarse otros productos de condensación resinosos, y  
20 de carácter alcalino, por ejemplo composiciones cíclicas de grupos aminos e iminos, a condición de que sean prácticamente insolubles en las condiciones de empleo. A continuación se mencionarán distintos productos orgánicos nitrogenados, naturales, lana, etc.; sin embargo, desde  
25 el punto de vista práctico estos últimos productos no tienen una gran importancia.

En la industria de los azúcares de caña, de remolacha, etc., puede aplicarse el procedimiento en diferentes fases del tratamiento del jugo o líquido azucarado. A menudo, resulta práctico procederá esta aplica-  
30

**MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

**195843**



5 ción inmediatamente después de la extracción, con objeto de evitar los demás métodos costosos de purificación, por ejemplo el trabajo con un gran exceso de cal, que luego se precipita por medio de ácido carbónico o de ácido sulfuroso. Es sabido que, al proceder de este modo se destruyen gran cantidad de materias de elevado valor, vitaminas, etc. De acuerdo con este procedimiento es posible aislar las materias en cuestión. Por ejemplo, puede extraerse el ácido ascórbico.

10 Desde el punto de vista práctico, es importante someter al tratamiento a que este invento se refiere la melaza que en muchas fábricas constituye un producto residual sin valor; de este modo se consigue hacer cristalizar y recuperar el azúcar de la melaza. También es posible transformar así esta melaza en una jarabe, para el  
15 consumo corriente. El jarabe contiene pocas sales y tiene un buen gusto, incluso en el caso de proceder de la remolacha.

20 No es preciso decir que el procedimiento se presta también al tratamiento de las soluciones azucaradas ya purificadas.

25 El procedimiento se aplica, con preferencia, haciendo pasar o "filtrar" la solución a través de capas espesas de las materias que, en este caso, deben ser de estructura granular. El tratamiento por materias pulverulentas, que inmediatamente se eliminan por filtración, proporciona también buenos resultados, pero esta aplicación es mas costosa.

30 Mediante el empleo de materias granulosas, puede aplicarse, de modo sencillo, el principio de la contra-

19843



corriente. La aplicación de este principio es siempre ventajosa, por las reacciones de equilibrio que intervienen principalmente en este caso.

Puede hacerse pasar el líquido, primeramente, a través de la materia que tenga principalmente el poder de fijación polar con respecto a las materias cargadas positivamente y, a continuación, a través de la materia dotada principalmente de un poder de fijación polar con respecto a las materias cargadas negativamente. En cuanto, a la salida de uno de los agentes de tratamiento, se comprueba en el líquido la presencia de cantidades importantes de materias que deben eliminarse, el agente citado debe regenerarse. De acuerdo con el principio de la contra-corriente, es posible, en último resultado, tratar mayor cantidad de líquido por la aplicación de varios agentes de cada clase, utilizando siempre un agente que contenga una clase de masa polar, después de un agente que contiene la otra clase. Se regenera alternativamente uno de los agentes, a saber, el que se ha puesto en contacto con el líquido no tratado, tratándole con soluciones convenientes de electrólitos. Este agente se pone inmediatamente en contacto con el líquido ya filtrado a través de todos los demás agentes de tratamiento.

Se aplica también el principio de contra-corriente si se emplean dos agentes de tratamiento de clases distintas y si los agentes permanecen en servicio todavía durante algún tiempo, incluso cuando la solución no se purifica bastante. Esta solución se hace pasar de nuevo a través de una masa revivificada.

Se procede también de acuerdo con este principio

195843



si se hace pasar el líquido de regeneración a través de la masa de contacto en una dirección opuesta a la seguida por el líquido a purificar.

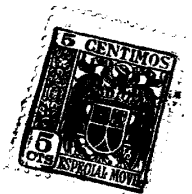
5 En muchos casos, puede aplicarse una masa compuesta de una mezcla de dos materias dotadas de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente y de las cargadas negativamente, si la regeneración de las materias puede realizarse del mismo modo o con productos químicos que regeneren una  
10 de las materias sin disminuir la capacidad de la otra.

Como ya se ha dicho, si se introducen las materias en un medio en el que dominen ciertas composiciones de átomos, éstas últimas se incorporan en la materia. La eliminación de las impurezas de los líquidos y la regeneración de la masa se basan ambas en este hecho.  
15

Finalmente, si se quiere incorporar a la materia dotada del poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, una determinada base, e incorporar un ácido determinado a la materia  
20 dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargados negativamente, se aplican soluciones de electrólitos que contengan dicha base o dicho ácido. En la práctica, solo hay que averiguar si la materia no es atacada, por ejemplo cuando el material de regeneración es demasiado alcalino.  
25

Los productos químicos que pueden emplearse para la regeneración - ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, sosa, sosa cáustica, cloruro sódico, entre los principales - son económicos, pero, con gran frecuencia deben aplicarse en  
30 elevado exceso. Por esta razón las soluciones se aplican

- 9 - 195843



sistemáticamente, muy a menudo, varias veces sistemáticamente. En las fábricas de azúcar, en las que con frecuencia se dispone de agua de condensación fuertemente alcalina procedente de la instalación de evaporación, se  
5 tiene a mano un líquido regenerador económico, especialmente para la masa dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas negativamente.

Como es natural, si quieren recogerse las materias  
10 acumuladas en las masas, en atención a su valor, debe trabajarse con líquidos de regeneración de composición y de concentración conveniente. Lo más corriente es el tener que emplear soluciones fuertemente concentradas, para obtener dichas materias en un estado suficientemente con-  
15 centrado.

Constituye también una ventaja del procedimiento el que puede hacerse circular el líquido en frío o a una temperatura moderada a través del agente de tratamiento, aunque en la práctica el tratamiento de líquidos calientes  
20 no ofrece dificultad alguna. No existen pérdidas por descomposición de azúcares y albúminas, a la vez que se eliminan los coloides que molestan para la filtración y que con los métodos anteriores únicamente podrían eliminarse mediante un tratamiento radical con productos químicos.

25 Para aclaración, figuran a continuación algunos ejemplos.

EJEMPLO 1 - Una melaza de remolacha con un contenido de 51% de azúcar, 15% de agua y 9,8% de cenizas, se diluye con un líquido azucarado, que se describirá a continuación,  
30 hasta 65º Brix, siendo el Ph de 7, 9.



196843

Em primer lugar , este líquido se trata con un 5% de una "humina" (principio activo del humus) activa, preparada mediante serrín de madera y ácido sulfúrico. Se mezcla una parte de ácido sulfúrico de 66° Bé., de modo homogéneo, con una parte de serrín, de tal modo que se desarrolle en toda la masa una reacción rápida que dé lugar a una elevación de temperatura hasta 150° C. Se calienta el líquido a 80° C. y se filtra. Después de reducir el Ph a 6,3 y de descender la concentración a 60° Brix, se hace pasar el líquido, parcialmente purificado, a través, sucesivamente, de una capa de una materia obtenida haciendo reaccionar por debajo de 100° C. hulla y SO<sub>3</sub> gaseoso, y a través de una capa de una resina sintética obtenida por reacción de un aldehído y de una amina aromática.

Para fabricar la materia dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, la hulla se expone durante 24 horas, en un horno rotativo, a los gases que contiene el SO<sub>3</sub> de una fábrica de ácido sulfúrico.

Se obtiene la resina disolviendo cada vez 20 kg. de meta-fenilenediamina y 15 litros de una solución de ácido clorhídrico al 30%, en 80 litros de agua y mezclando rápidamente todo ello, después de enfriar el líquido con 40 litros de una solución de formalina al 40%. El producto de condensación obtenido se ralla y cuece en una solución de sosa cáustica al 10%.

La primera masa, dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, tiene granos de un tamaño de 0,25 á 1 mm, y se dispone en un depósito de hierro revestido de ebonita, de

195843



5 6.000 litros de cabida utilizable, La resina, dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas negativamente, tiene granos del mismo tamaño y se dispone de un depósito de hierro revestido de ebonita de 7.500 litros de capacidad útil. Las materias se colocan sobre capas soportes de arena. Los dos depósitos se llenan de agua hasta la superficie de la masa. Por medio de un tubo de nivel o rebosadero se hace de modo que la masa se encuentre siempre debajo del líquido.

10 Primero se hacen pasar de arriba hacia abajo, a través de la primera masa, 2.500 litros de agua que contengan 320 kg. de HCl, y a través de la segunda masa, 3.750 litros de agua, que contengan 350kg. de sosa anhidra y a continuación, respectivamente, 4.000 y 8.000 litros de agua caliente.

15 Inmediatamente se hacen pasar, a través de la materia dotada de un poder de fijación con respecto a las composiciones de átomos cargadas negativamente, 4.000 litros de la masa diluida; luego 3.000 litros de agua y, finalmente, el líquido regenerador y el agua de lavado.

20 Al principio, el líquido que sale del filtro es agua y solo a la concentración de 3º Brix se empiezan a recoger separada y sucesivamente:

25 1.000 litros de líquido, concentración 10,2º Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 25,1º Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 40,4º Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 39,2º Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 35º Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 29,2º Brix;  
30 1.000 litros de líquido, concentración 22,2º Brix;

195843



1.000 litros de líquido, concentración 14,1<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 7,3<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 4<sup>2</sup> Brix;  
El líquido restante se desecha.

5 Las soluciones de azúcar se introducen a continuación en la materia dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos negativamente cargadas; luego se introducen 3.000 litros de agua y, finalmente, el líquido regenerador y el agua de lavado.

10 El líquido que sale de este segundo paso es al principio agua y, también en este caso, solo se empieza a recoger el líquido a la concentración de 3<sup>2</sup> Brix:

1.000 litros de líquido, concentración 5<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 10,4<sup>2</sup> Brix;  
15 1.000 litros de líquido, concentración 18,9<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 25,4<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 28,3<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 27,4<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 25,6<sup>2</sup> Brix;  
20 1.000 litros de líquido, concentración 20<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 13,4<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 7,6<sup>2</sup> Brix;  
1.000 litros de líquido, concentración 4<sup>2</sup> Brix;

25 El Ph del líquido que ha atravesado la masa dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, desciende considerablemente (hasta 2,8 aproximadamente), el del líquido que ha atravesado la masa dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas  
30 negativamente, es normal y este líquido es casi neutro pa-

196843



ra la fenolftaleina, y únicamente la última solución de azúcar es la que acusa de nuevo un Ph poco elevado.

5 Aproximadamente el 87% de la materia fija presente en la solución atraviesa la masa dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, y el 72% atraviesa la masa dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas negativamente. Desde el punto de vista del color, de la limpieza o transparencia y del poder de cristalización, este último filtrado en nada cede al jugo denso purificado, ordinario.

10 La gran eliminación de color es producida por la masa dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas negativamente; después de abandonar la masa dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, el líquido contiene alrededor del 80% de las materias colorantes primitivas y, después de haber atravesado la masa dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas negativamente, no contiene más que el 15% de dichas materias.

20 En la práctica, se emplean los líquidos primero y último, diluidos, de la filtración, para diluir la melaza inicial.

25 En el líquido de regeneración de la masa dotada de un poder de fijación con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, se encuentra acumulado todo el potasio; en el líquido que ha regenerado la masa y dotado de un poder de fijación polar con respecto a

30

195843



las composiciones de átomos cargadas positivamente, se encuentran todos los ácidos orgánicos y otras materias orgánicas.

Estas materias pueden aislarse de dichos líquidos.

5 EJEMPLO 2 - Pueden mezclarse las materias dotadas de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos respectivamente cargadas positiva y negativamente, que se aplican de acuerdo con el ejemplo 1, en proporciones ponderales iguales, o colocarlos por capas  
10 en un depósito de 13,500 litros de capacidad útil. Se hace pasar la misma cantidad de melaza diluida de acuerdo con el ejemplo 1. La regeneración puede realizarse con 600 kg. de ácido sulfúrico. De ello resulta que las aniones se substituyen por iones de sulfato. Procediendo de  
15 este modo, el método se simplifica en alto grado, pero la eliminación de los "no-azúcares", especialmente del color, es menor. El filtrado se convierte en fuertemente ácido por el ácido sulfúrico, que debe precipitarse con barita.

20 EJEMPLO 3 - En el ejemplo 1 se substituye la masa a base de hulla, dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, por una masa preparada como sigue:

25 Se mezclan 20 kg. de resorcina, 75 litros de agua, 45 litros de formalina y 10 litros de sosa al 30%. La mezcla se solidifica y puede granularse.

EJEMPLO 4 - Las materias utilizadas en el ejemplo 3, se emplean, en forma de mezclas, en un filtro o colador. Se procede de acuerdo con el ejemplo 2. En lugar del ácido  
30 sulfúrico, el agente regenerador es una solución de sosa

196843



cáustica al 10%, pero, de cuando en cuando, puede también regenerarse previamente con ácido.

EJEMPLO 5 - Se hace pasar el jugo de difusión, no calentado, de remolacha, por el mismo aparato del ejemplo 1.

5 La regeneración se realiza de igual modo. Del líquido de regeneración pueden extraerse pectinas, etc.

De cuando en cuando es conveniente esterilizar los filtros o coladores, por ejemplo por un tratamiento con vapor, o por ebullición.

10 EJEMPLO 6 - Se procede como en el ejemplo 1, pero en lugar de melaza, se purifica el jugo o líquido denso de una fábrica de azúcar.

La decoloración es casi perfecta y se obtiene una solución con una pureza de 99.

15 EJEMPLO 7 - Se purifican, de acuerdo con el ejemplo 1, productos de refinación, con objeto de substituir el tratamiento con negro animal (carbón de huesos). Los gastos de decoloración son menores, ya que se evita el calentamiento a incandescencia, necesario para la regeneración  
20 del negro animal.

Contrariamente al carbón de huesos, las resinas artificiales sintéticas empleadas de acuerdo con el procedimiento de este invento, pueden exponerse a la acción de productos químicos muy enérgicos, por ejemplo, de so-  
25 luciones concentradas de lejía y de ácido, de agentes de oxidación en estado diluido, de soluciones de cloro o de ácido nítrico, incluso si éstas soluciones se han calentado.

Por un simple lavado puede por tanto eliminarse  
30 prácticamente cualquier impureza, lo cual no ocurre con

195843



el negro animal.

N O T A

Se reivindicán no como propios ni nuevos sino como no conocidos ni practicados en España. para que sean objeto de una Patente de Introducción en España, los puntos siguientes:

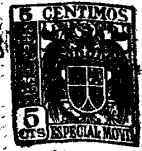
1.- Procedimiento para la purificación de soluciones azucaradas, caracterizado porque se ponen estas soluciones en contacto, sucesivamente, con materias dotadas de un poder de fijación polar con respecto a composiciones de átomos cargadas positivamente y cargadas negativamente, materias que son insolubles, y, después de la saturación, se regeneran estas materias tratándolas por una solución de electrólitos.

2.- Procedimiento para la purificación de soluciones azucaradas, según la reivindicación 1, caracterizado porque la materia dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas positivamente, se ha obtenido por la reacción de productos químicos deshidratantes sobre una materia carbonífera, por debajo de 300° C.

3.- Procedimiento para la purificación de soluciones azucaradas, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado, porque se emplea, como materia dotada de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos cargadas negativamente, resinas sintéticas básicas.

4.- Procedimiento para la purificación de soluciones azucaradas, según las reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado, porque las materias dotadas de un poder de fijación polar con respecto a las composiciones de átomos car-

190843



gadas positiva y negativamente, respectivamente, se po-  
nen simultáneamente en contacto con el líquido.

5.- PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE SOLUCIO-  
NES AZUCARADAS.

5 Todo conforme se describe en la memoria que antece-  
de, y se reivindica en su Nota.

Esta memoria consta de diez y siete hojas foliadas  
y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 3 de Marzo de 1.951

N. V. OCTROOLEN MAATSCHAPPIJ "ACTIVIT"

P. A.

JAVIRA Y BOJELLA  
P. A.