

24 ABO. 1959

251691



251691

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de EDELEANU GESELLSCHAFT m. b. H., entidad alemana, establecida en Opernplatz 2, Frankfurt am Main, Alemania por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ADUCTOS FACILMENTE SEPARABLES"

Es sabido que la urea o carbamida forma con hidrocarburos parafinicos de cadena recta complejos cristalinos, a los cuales se llama aductos. La formación de aductos de hidrocarburos esencialmente de cadena recta con carbamida se emplea en la industria de aceites minerales para separar de los aceites las parafinas en forma sencilla. A este objeto se mezclan los aceites de hidrocarburos con carbamida o soluciones de la misma y se les mantiene en contacto hasta que concluye la formación del aducto. El aducto sólido resultante se separa de la solución oleosa y se descompone por calentamiento a elevadas temperaturas y/o por em-

5

10

251691

24



pleo de disolventes, por una parte en parafinas y, por otra, en
carbamida o solución de la misma. Después de la separación del
disolvente las parafinas forman uno de los productos finales, y
los hidrocarburos no formadores de aducto, el otro producto fi-
5 nal, es decir el aceite de bajo punto de solidificación. La so-
lución de carbamida recuperada se vuelve a enviar al ciclo para
la formación de aducto.

Para decidir si para la separación de las parafinas de
un aceite de hidrocarburo se debe dar preferencia al procedimien-
10 to corriente hasta ahora, o sea la separación por cristalización
de las parafinas en frío después de la dilución con un disolven-
te selectivo, o bien la transformación de las n parafinas median-
te carbamida en aducto, son decisivos ante todos los puntos de
vista económicos. En esta cuestión es a su vez de esencial impor-
15 tancia la forma en la que el aducto formado se puede separar de
la mezcla reaccionante, o sea si para la separación se necesitan
dispositivos sencillos, tales como tamices, o costosos disposi-
tivos, tales como filtros giratorios o incluso centrífugas. El
tipo de dispositivo de separación a emplear depende de la natu-
20 raleza del aducto sólido.

El aducto puede obtenerse fundamentalmente en forma de
polvo amorfo, por ejemplo finamente pulverulento, de grano fino
hasta grueso o como papilla espesa, acuosa, pegajosa, en forma
de mulsión. Si el aducto tiene estructura amorfa, finalmente pul-
25 verulenta, se requieren entonces dispositivos de separación muy
eficaces, tales como centrífugas, para separarlo de la mezcla
reaccionante. Si se presenta en forma de papilla a modo de emul-
sión, para la separación se requieren entonces asimismo centri-
fugas u otros dispositivos especiales de separación.

30 Se ha sugerido ya emplear para la formación de aductos

25103

24



una solución de carbamida contenido 10 a 4 por 100 en peso de agua y un disolvente del aceite que hierva en la región de temperatura de la formación óptima de aducto, por ejemplo cloruro de metileno. De esta manera se obtiene un aducto que posee una estructura granular de fina hasta gruesa que se deposita rápidamente y que se puede separar con facilidad por cribado o filtrado, y asimismo puede lavarse bien. Después -junto a este aducto granular- solo se obtiene una única fase fluida, compuesta del aceite liberado de las parafinas y del disolvente del aceite, puesto que, dentro de las citadas concentraciones, toda el agua empleada se adhiere al aducto.

Es también sabido que puede obtenerse un aducto de estructura granular si durante o después de la formación del mismo se le pone en contacto con 10 - 40 por 100 en peso de agua o de alcohol acuoso.

Se ha descubierto que - partiendo de los supuestos antes citados que son terminantes y suficientes para fracciones especiales- la capacidad de existencia de un "grano" de aducto es dependiente de una serie de factores; si se amoldan estos factores a las propiedades del aceite empleado, se obtiene entonces el aducto en forma granulada fácilmente separable. Los factores que influye en la estructura del aducto en el sentido del invento son los siguientes:

- a) El activador, es decir el disolvente para la carbamida;
- b) El disolvente del aceite, es decir el disolvente en el que quedan las partes de la mezcla empleada que no forman ningún aducto;
- c) La concentración de la solución de carbamida;
- d) La cantidad de solución de carbamida empleada;
- e) La temperatura a la que se forma el aducto.

251691

24 AGO



5 Para el disolvente de la carbamida es válido en términos generales el hecho de que la formación de aducto puede realizarse también de por sí sin el mismo, renoviendo para ello, por ejemplo, sencillamente la mezcla que contiene la parafina de cada

5 dena recta, o esta misma con carbamida; sin embargo la formación de aducto se realiza más fácilmente y termina con más rapidez si en la mezcla reaccionante existe un disolvente de esta clase, ya que la formación de aducto es activada por la misma.

10 Como disolventes de carbamidas se conoce toda una serie de disolventes, tales como agua;

alcoholes inferiores saturados monovalentes y polivalentes, tales como metanol, etanol, propanol, butanol, amilalcohol y sus isómeros, etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, glicerina;

15 aminas tales como monoetanolamina, dietanolamina y trietanolamina, propilamina;

cetonas, tales como acetona, metiletilcetona, metilisopropilcetona, metilisobutilcetona;

nitrilos, tales como acetonitrilo, acrilonitrilo, propionitrilo;

20 anhídridos, tal como anhídrido acético;

y además SO_2 líquido, CO_2 líquido, NH_3 líquido, BF_3 , HF líquido, cloruro de estaño, NO_2 , N_2O_4 , SbCl_3 , AsF_3 , POCl_3 , trifluoruro nítrico, furfurool, nitrometano, nitroetano, tiofeno, piridina, pirrol y mezclas de los productos antes citados entre sí.

25 Frente a los demás disolventes, el agua y los alcoholes inferiores tienen la ventaja de poseer un poder de disolución particularmente bueno para la carbamida. Tienen además la propiedad de que una vez concluida la formación de aducto se adhiere plenamente a éste, es decir que no aparecen como fase

30 separada cuando su cantidad oscila dentro de límites determinados,



20 1931

aún cuando al comienzo de la formación del aducto se hayan agregado en cantidades relativamente grandes (estas cantidades han sido elegidas en tal proporción por la razón de que después de la regeneración se pueda transportar fácilmente la carbamida a las correspondientes temperaturas en forma de solución clara de carbamida.

Dentro del espíritu del presente invento el agua y los alcoholes inferiores son fundamentalmente ventajosos porque facilitan la formación de un grano grueso cuando su cantidad queda comprendida dentro de ciertos límites, y además porque la dependencia entra la estructura granular y el disolvente de carbamida puede variarse en una determinada región de temperatura.

La adición de un disolvente del aceite a la mezcla reaccionante tiene en principio la finalidad de hacer que la mezcla sea susceptible de agitación durante la formación del aducto, y transportable una vez concluida dicha formación del aducto. Por término medio una parte en peso de parafina con tres partes en peso de carbamida forman un aducto. Si el aceite de partida contiene, por ejemplo, 15 partes en peso de parafina entonces hay que agregar 45 partes en peso de carbamida. Una vez terminada la formación del aducto existen, junto a 60 partes en peso de aducto sólido, unas 85 partes en peso de producto refinado fluido. Una mezcla de esta composición es demasiado tenaz y solo se puede remover y transportar con dificultad. Por lo mismo se diluye el aceite de la carga hasta el punto de que después de la formación del aducto la relación de producto sólido a líquido sea de 1:4.

Como disolventes del aceite se conocen: n parafinas, que a las temperaturas en cuestión no son apropiadas para una formación de aductos, tales como por ejemplo pen-



251691

tano, butano, propano,

isoparafinas, tanto saturadas como sin saturar;

naftenos, tales como ciclopentano, ciclohexano y homologos:

productos refinados procedentes de la desparafinación con carba-

5 mida, o sea las partes de mezcla, no formadoras de aductos,

existentes en la mezcla original junto a las n parafinas:

aromáticos, tales como benzol y homólogos;

cetonas, tales como metiletilcetona, metilisopropilcetona,

metilisobutilcetona, sulfuro de carbono, metanol + acetamida,

10 fenol, nitrobenzol, anilina, etanolamina, SO₂ líquido, furfu-

rol, NH₃ líquido, CO₂ líquido, diclordietileter, dioxano;

esteres, tales como ester metílico del ácido fórmico, ester etí-

lico del ácido acético;

eteres, tal como eter etílico, eter isopropílico;

15 hidrocarburos clorados, tales como cloruro de metileno, cloro-

formo, dicloreto, cloruro de butilo, tetracloruro de car-

bono, tricloreto y los hidrocarburos sustituidos con cloro-

fluor con 1-2 átomos C.

Ofrecen una ventaja especial los hidrocarburos clorados

20 e hidrocarburos sustituidos con cloro-fluor puesto que a las

temperaturas de la formación del aducto actúan selectivamente,

es decir, porque con su empleo se obtienen productos refinados

cuyo punto de solidificación es más bajo que si los aductos se

forman en presencia de otros disolventes del aceite.

25 Pero también merecen una preferencia particular dentro

de la idea del invento porque los mismos catalizan la formación

de aductos de grano grueso. Así, por ejemplo, de los demás di-

solventes del aceite antes especificados, por ejemplo del ben-

zol, se obtiene en condiciones de ensayo por lo demás iguales

30 el aducto en forma de polvo fino, y en cambio, de los hidrocar-

251691



buros sustituidos con cloro y/o fluor, en forma de grano grueso.

Aun cuando en principio es posible realizar la formación de aductos lo mismo sin activador que sin disolvente del aceite, por razones técnicas y por las señaladas anteriormente, es aconsejable emplear un disolvente del aceite en las grandes instalaciones. Las siguientes aclaraciones parten, por lo tanto, del supuesto, de que se emplea agua como activador, y cloruro de metileno como disolvente del aceite.

Se ha descubierto asimismo que entre la concentración de la solución de carbamida o la cantidad de solución de carbamida por su parte, y la temperatura de la formación de aducto por otra, existen relaciones que, conociéndolas y teniéndolas en cuenta, permiten llevar a cabo la formación del aducto de tal modo, que como tal resulte un producto fácilmente separable en forma de un grano grueso. Para la determinación de estas relaciones se procede de la siguiente manera.

Se preparan soluciones de distintas concentraciones, de preferencia soluciones de carbamida acuosa saturadas a 40°, 50°, 60° y 70°, por ejemplo el aceite para ejes a emplear se remueve con una cantidad uniforme de solución de carbamida, por ejemplo 120 por 100 en volumen (referida al volumen del aceite empleado), a diferentes temperaturas hasta que concluya la formación del aducto.

Si la temperatura durante la formación del aducto -por este concepto hay que entender, no la formación de aducto que sólo acaba de empezar, sino también siempre la formación terminada- es inferior a 40° C. y la solución de carbamida está saturada a esta temperatura, se obtiene entonces una mezcla pastosa, no susceptible de tamizado, de aducto y solución de refinado. Si se enfría la papilla, el grano de aducto ya exis

251681

24 AGO



tente de por sí, pero muy blando y pegajoso, se va solidificando por momentos: a $+ 30^{\circ}\text{C}$ se forma un grano esférico y arenoso de un diámetro de ~ 4 mm que con un tamiz se puede separar fácilmente incluso en espesores de capa de 50 cm. y más todavía. Si se sigue bajando la temperatura, el grano se vuelve cada vez más fino; a $-0,8^{\circ}\text{C}$. el diámetro del grano no asciende ya más que a $\sim 0,5$ mm. Esta dimensión representa el límite inferior de capacidad de cribado del aducto. Si se enfría más todavía, el aducto se descompone en forma de polvo fino, para cuya separación no basta ya una criba.

También se puede invertir el proceso del enfriamiento y llevar primero a la mezcla de aducto-refinado a una temperatura baja, por ejemplo -15°C . y calentarla después. Se observa entonces la transición inversa de polvo fino no tamizable a -8° a grano susceptible de cribado, un lento crecimiento del grano hasta mayores diámetros y a $+ 30^{\circ}\text{C}$, finalmente, la transformación en una papilla no tamizable.

Este proceso de enfriamiento y de calentamiento se puede repetir todas las veces que se quiera. Confirma el mismo que empleando una solución de carbamida acuosa saturada a 40°C . a temperaturas entre -8° y $+30^{\circ}\text{C}$, el aducto sale en forma de grano grueso susceptible de cribado. Dicho con otras palabras: si se efectúa la formación del aducto con una solución saturada a 40°C , con temperaturas entre -8° y $+30^{\circ}\text{C}$, o si, después de terminada la formación del aducto, se lleva al mismo a esta región de temperaturas, el aducto toma entonces una estructura de grano grueso.

Si se hace este ensayo también con soluciones de carbamida que estén saturadas a $+ 50^{\circ}$, $+60^{\circ}$ y $+70^{\circ}$, se obtienen los siguientes resultados:



24 150

251691

Tabla 1

Aceite para ejes tratado en presencia de cloruro de metileno con 120 por 100 en vol. de solución de carbamida acuosa saturada.

5	Saturación de la Solución de carbamida a ° C	40	50	60	70
	Transición de papilla a grano (límite superior)°C	+30	+40	>+40	>+40
	Transición de grano a polvo (límite inferior)°C	- 8	+ 6	+16	+25

10 Los valores del límite superior y del límite inferior se anotan en un diagrama (Figura 1), para cuyas ordenadas sirve como unidad la temperatura de la formación de aducto, y para las abscisas, la temperatura de la saturación de la solución de urea. De los valores límite superiores se obtiene una curva

15 A-B, y de los valores límite inferiores, una curva C-D. Las curvas A-B y C-D circunscriben un área que representa el llamado margen de grano buscado.

Este diagrama muestra que si se trata un aceite parafínico para ejes en presencia de cloruro de metileno con 120 por

20 100 en vol. de solución de carbamida acuosa saturada, por encima de la curva superior de temperatura A-B existe el aducto en forma de papilla, por debajo de la curva inferior de temperatura C - D, en forma de polvo fino, y entre las curvas A-B y C-D, en forma de grano grueso susceptible de tamizado. Si, por ejemplo,

25 se ha decidido emplear para la formación del aducto una solución de carbamida saturada a 50°C, entonces se realiza dicha formación de aducto entre +6 y +40°C, o bien, una vez concluida la formación del aducto, se lleva a éste a la región de dicha zona de temperatura.

30 Los ensayos para la determinación de la curva superior e

281081



inferior de temperatura se repitieron con una fracción de Keroseno (Tabla II), en una bencina de obtención directa (Tabla III) y en un producto reformado de bencina (Tabla IV), en forma análoga.

5

Tabla II

Keroseno, tratado en presencia de cloruro de metileno con 120 por 100 en vol. de solución de carbamida acuosa saturada.

Saturación de la solución de carbamida a °C		30	40	50	60	70
10	Transición desde papilla a grano (límite superior) °C	+ 9	+21	+31	+36,5	+38,5
	Transición desde grano a polvo (límite inferior) °C	+ 2	+ 9	+16,5	+23	+28

Tabla III

15

Bencina de obtención directa, tratada en presencia de cloruro de metileno con 120 por 100 en vol. de solución de carbamida acuosa saturada.

Saturación de la solución de carbamida a °C		40	50	60	70
20	Transición desde papilla a grano (límite superior) °C	+24,5	+30,5	+32	+32,5
	Transición desde grano a polvo (límite inferior) °C	+10	+16	+24	+31

Tabla IV

25

Reformado de Bencina, tratado en presencia de cloruro de metileno con 120 por 100 en vol. de solución de carbamida acuosa saturada.

Saturación de la solución de carbamida a °C		40	50	60
	Transición desde papilla a grano (límite superior) °C	+24	+28,5	+29,5
30	Transición desde grano a polvo (límite inferior) °C	+13	+20	+29

24



Tabla V

251691

Datos analíticos de los aceites de partida

Denominación	Bencina	Reformado	Keroseno	Aceite pa ejes.
d_{20}	0.748 ₃	0.782 ₅	0.800 ₁	0.857 ₂
n_D^{20}			1.4478	1.4841
BPA/St.P.				±15/±12
Parafina 20° por 100 en peso				10.7
Parafina 35° por 100 en peso				13.3
Vis. 20°				20.64 cst
Vis. 50°				2.94 °E
Punto de inflamación V.a.				176 °
Olef. aromat por 100 en vol.	14.9 (R.B.)	58.5 (ASTM)		
Análisis de ebullición				
Comienzo de la ebullición °C	97	51	170	315
% en vol. 5	122	66.5	183.5	322
15	119	79	190.5	327
25	124	93	195.5	331
35	128.5	107	200.5	336
45	134	119.5	206	340
55	139.5	129	210.5	344
65	145	141	216.5	345
75	151	150.5	225.5	356
85	158	161.5	236.5	367
95	169	181	254.5	
Final de la ebullición °C	181	202	268	367
50 por 100		124		342



201681

24 AGO.

Exactamente igual que después del tratamiento del aceite para ejes se pueden registrar en una hoja de curvas los valores que se han obtenido en la desparafinación por carbamida de un keroseno (Fig. 2) y de la bencina de obtención directa y del re-
5 formado (Fig. 3), y representar así gráficamente en forma clara la región del grano de cada una de las fracciones.

En la Fig. 4 se han reunido en una hoja las regiones de grano de las Figs. 1 - 3. De este gráfico de curvas se puede tomar como regla general que, para permanecer en el margen de gra-
10 nos, es más seguro si se trabaja con longitud decreciente de la cadena de la n parafina con bajas saturaciones de la solución de carbamida y con bajas temperaturas durante la formación del aducto.

La región de grano del aducto es influenciada todavía por otro factor, o sea la cantidad de solución de carbamida. Los si-
15 guientes resultados muestran hasta qué punto existe una dependencia entre la temperatura de la formación del aducto y la cantidad de solución de carbamida empleada.

Para la determinación de estos resultados se procede lo mismo que en la forma descrita más arriba. Se revuelve aceite para ejes, keroseno o bencina de obtención directa en presencia de cloruro de metileno, de tal modo que en una serie de ensayos se mantenga constante la saturación de la solución de carbamida, pero variando la cantidad de esta solución. Para las regiones de
25 grano que existen para las fracciones mencionadas, resultan las siguientes temperaturas de la formación del aducto:



24

251691

Tabla VI

Aceite para ejes, tratado en presencia de cloruro de metileno con solución de carbamida acuosa saturada a $\pm 40^{\circ}\text{C}$

5	Cantidad de solución de carbamida en / en vol. (referida al volumen de aceite empleado)	40	80	120
	Transición desde papilla a grano $^{\circ}\text{C}$ (límite superior)	± 26	± 28	± 30
	Transición desde grano a polvo $^{\circ}\text{C}$ (límite inferior)	± 18	± 10	- 8

10

Tabla VII

Keroseno, tratado en presencia de cloruro de metileno con solución de carbamida acuosa saturada a 60°C

15	Cantidad de solución de carbamida en / en vol. (referida al volumen del aceite empleado)	40	80	120
	Transición desde papilla a grano $^{\circ}\text{C}$ (límite superior)	± 30	± 35	$\pm 36,5$
	Transición desde grano a polvo $^{\circ}\text{C}$ (límite inferior)	± 27	± 26	± 23

20

Tabla VIII

Bencina de obtención directa, tratada en presencia de cloruro de metileno con solución de carbamida saturada a 60°C

25	Cantidad de solución de carbamida en / en vol. (referida al volumen del aceite empleado)	40	80	120
	Transición desde papilla a grano $^{\circ}\text{C}$ (límite superior)	$\pm 25,5$	± 30	± 32
	Transición desde grano a polvo $^{\circ}\text{C}$ (límite inferior)	± 18	± 22	± 24

30

Los resultados de las Tablas VI, VII, VIII, se pueden registrar también en un diagrama, cuyas ordenadas representan

287001

24 AGO



las temperaturas de la formación del aducto, y las abscisas, las cantidades de la solución de carbamida empleada de saturación unificada. Si se combinan entre sí los valores del límite superior con los del límite inferior, entonces se obtienen aquí también - con los índices A-B, C-D véase Fig. 5, A₁-B₁ , C₁-D₁ véase Fig. 6 y A₂-B₂ , C₂-D₂ véase Fig. 7,-superficies delimitadas que representan la región en la que se obtiene el aducto con la estructura de grano grueso deseada cuando se varían la temperatura de formación del aducto y la cantidad de solución de carbamida.

El invento demuestra, pues, de qué forma hay que adaptar la clase del disolvente de carbamida y del disolvente de aceite, la cantidad y concentración de la solución de carbamida y la temperatura de la formación del aducto a las propiedades de las fracciones de hidrocarburos a tratar, al objeto de obtener en la instalación técnica un aducto fácilmente separable.

En la práctica se determinan primero por análisis las cantidades de n parafinas que hay que separar del aceite empleado para alcanzar el deseado punto de solidificación; de aquí resulta la cantidad de carbamida con la que hay que tratar el aceite empleado: la cantidad triple de carbamida incluye un exceso suficiente para combinar estas parafinas como aducto en poco tiempo es decir en el curso de unos treinta minutos. Se diluye luego el aceite empleado con un 100 - 200 por loo volumen por término medio de un disolvente del aceite, de preferencia cloruro de metileno, y se le renueva entonces con la cantidad determinada de carbamida; la carbamida se utiliza en forma de una solución que, a la temperatura de la formación del aducto, estaría más o menos sobresaturada. Por variación de la

25 1591

24



5 saturación de la solución de carbamida con cantidad uniforme, o de la cantidad de solución de carbamida con saturación uniforme por una parte y de la temperatura de la formación del aducto por otra, se obtienen los márgenes de temperatura dentro de los cuales sale el aducto como grano susceptible de cribado. Para la instalación técnica se eligen entonces las condiciones en las que el aducto puede existir en forma de grano.

10 Por supuesto, se realizará entonces la formación del aducto desde un principio en las condiciones en las ^{que} puede existir la gama de grano de aducto. Si por razones técnicas no se pudiesen tener en cuenta todas las condiciones de la gama del grano, se puede obtener entonces sencillamente el aducto como grano si una vez concluida la formación del aducto se ajusta la mezcla de aducto y refinado a estas condiciones.

15 El aducto a partir del estado pastoso a modo de emulsión se puede transformar así en grano si se agrega a la mezcla carbamida sólida. Sin embargo es más sencillo disminuir la temperatura. Dentro de la idea del presente invento esto es realizable de forma particularmente ventajosa mediante la vaporización de una parte del disolvente del aceite, eventualmente bajo presión reducida.

20 Si se presenta el aducto como polvo fino, se sigue entonces el procedimiento a la inversa. Se calienta o se agrega agua, y en caso dado se añade solución de carbamida cuando las cantidades empleadas de esta última han sido calculadas demasiado pequeñas en el sentido del invento.

25 A la inversa puede darse también la siguiente situación:

30 Si del aceite empleado se quiere separar una cantidad relativamente grande de n parafinas, entonces hay que emplear una cantidad correspondientemente grande de carbamida. Si toda la

251691



cantidad a utilizar se agregase de una vez a la mezcla de la carga, el aducto saldría con una estructura granular muy gruesa.

Así, por ejemplo, en la Fig. 5 la línea vertical B-D constituye una medida del tamaño de grano. Desde D hacia arriba hasta el punto de intersección con la horizontal para la temperatura 0°C, punto E, el aducto es de grano fino; el diámetro del grano oscila entre 0,2 - 0,5 mm. El diámetro del grano sigue creciendo a medida que sube la temperatura de la formación del aducto, o sea, en la región E F hasta 0,5 - 1 mm, entre F G hasta 1 - 2 mm. y entre G B hasta 2 - 4 mm.

En la recta H K, el punto K corresponde aproximadamente al punto F de la recta D B, es decir, en la región del punto K se presenta el aducto con un diámetro aproximadamente igual que en el punto F, o sea con 1 mm. aproximadamente.

Por lo mismo es ventajoso agregar toda la cantidad de carbamida a emplear en dos cantidades parciales si se quiere obtener un aducto con tamaño de grano uniforme y si se pretende evitar la formación de aductos de grano muy grueso, ya que estos últimos contienen una cantidad relativamente grande de carbamida libre y, por lo mismo, la sustraen a la formación del aducto. Así, por ejemplo, se divide una cantidad de solución de carbamida de 120 por 100 en vol. en dos partes de 80 y 40 por 100 en vol., y se opera en la primera etapa en el punto K, es decir, a + 20°C, y en la segunda etapa en el punto M a temperatura algo mayor o prácticamente igual.

Puesto que entretanto han participado n parafinas en la formación del aducto en la segunda etapa, a las que no se debe considerar como "propensas al aducto", o sea en las que es retardada la iniciación de la formación del aducto, se recomienda disminuir la temperatura durante la formación del aducto en

251691

24 A



la segunda etapa. Con la disminución de temperatura, precipita,
de la solución de carbamida, carbamida libre que favorece en for-
ma especial la formación del aducto, o sea que el descenso de la
temperatura vuelve a compensar el pequeño inconveniente que su-
pone la división de la carbamida en una cantidad mayor y en otra
menor.

Las anteriores explicaciones han revelado que la conser-
vación de una saturación uniforme de la solución de carbamida
empleada tiene gran importancia para el margen del grano. Por lo
mismo, la regeneración de la solución de carbamida a partir del
aducto se realizará convenientemente aquellas condiciones con
las que resulta una solución de carbamida de saturación constan-
te.

La regeneración de la solución de carbamida se hace co-
mo es sabido en caliente a una temperatura de 80 - 90°. Para
acelerar la descomposición del aducto y detener por consiguien-
te la desintegración de la carbamida, la cual es notable a tem-
peraturas por encima de 85°C, se añade agua (o agua de conden-
sación) al aducto a esta temperatura. Al final de esta opera-
ción resulta por consiguiente una solución de carbamida que no
presenta ya la deseada saturación.

La concentración de la solución de carbamida diluida
se lleva a cabo en proximidad de la temperatura a la que se refie-
re la saturación. Si, por ejemplo, interesa obtener una solu-
ción de carbamida con la saturación de 70°C, se concentra en-
tonces por evaporación dicha solución de carbamida diluida a
70 - 75° C. Para conseguir una evaporación eficaz se aplica el
vacío al aparato de concentración. Se sugiere provocar una rá-
pida evaporación del agua en exceso empleando simultaneamente
el disolvente del aceite en forma de vapor como agente soplado.

251691

24 AGO



5 A este fin se calienta el disolvente del aceite, o bien su vapor hasta la temperatura de espesamiento, y se hace pasar el vapor re calentado por la solución de carbanida. El vapor del disolvente del aceite se condensa juntamente con el agua expulsada y se vuelve a emplear en forma líquida.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el 11 de Septiembre de 1958, bajo el número E 16.414 IVc/23b, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad industrial.

10

N O T A

15 Los puntos de invención propia, nueva, que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención, por VEINTE años son los siguientes:

20 1º.- Procedimiento para la obtención de aductos fácilmente separables en la desparafinación de aceites de hidrocarburos con urea o carbanida, caracterizado porque la formación del aducto se lleva a cabo en presencia de disolventes de aceites y de carbanida particularmente apropiados, y de paso se ajusta la concentración y la cantidad de la solución de carbanida y la temperatura de la formación del aducto, a las características del aceite empleado, de tal modo que quede ajustado el margen de existencia, previamente determinado por ensayo del grano de aducto fácilmente separable.

25 2º.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque las condiciones del margen de existencia del grano de aducto se ajustan una vez concluida la formación del aducto.

30 3º.- Procedimiento según reivindicación 1 o 2, caracte-



251691

24

rizado porque el aducto, cuando se presenta en forma de papi-
lla a modo de emulsión, es llevado a la región del grano por
adición de carbamida o por disminución de la temperatura.

5 4º. - Procedimiento según reivindicación 3, caracte-
rizado porque se determina el descenso de la temperatura por
evaporación de una parte del disolvente del aceite, eventual-
mente bajo presión reducida.

10 5º. - Procedimiento según reivindicación 1 ó 2, carac-
terizado porque, cuando se presenta en forma de polvo fino,
el aducto es llevado a la región del grano del mismo por adi-
ción de disolventes de carbamida, por aumento de la tempera-
tura de la mezcla del aducto o por adición de solución de
carbamida.

15 6º. - Procedimiento según reivindicación 1 ó 2, ca-
racterizado porque las cantidades de carbamida a añadir se
agregan en dos etapas, ampliando en la primera etapa aproxi-
madamente los dos tercios, y en la segunda etapa aproximada-
mente un tercio de la carbamida, y porque se disminuye la
temperatura de la segunda etapa.

20 7º. - Procedimiento para la obtención de aductos fa-
cilmente separables.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede,
representado en el dibujo que se acompaña y para los fines
que se han especificado.

25 Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid, 24 AGO. 1959

P. A.
Alberto de Izaburu
Por Poderes

25 1691

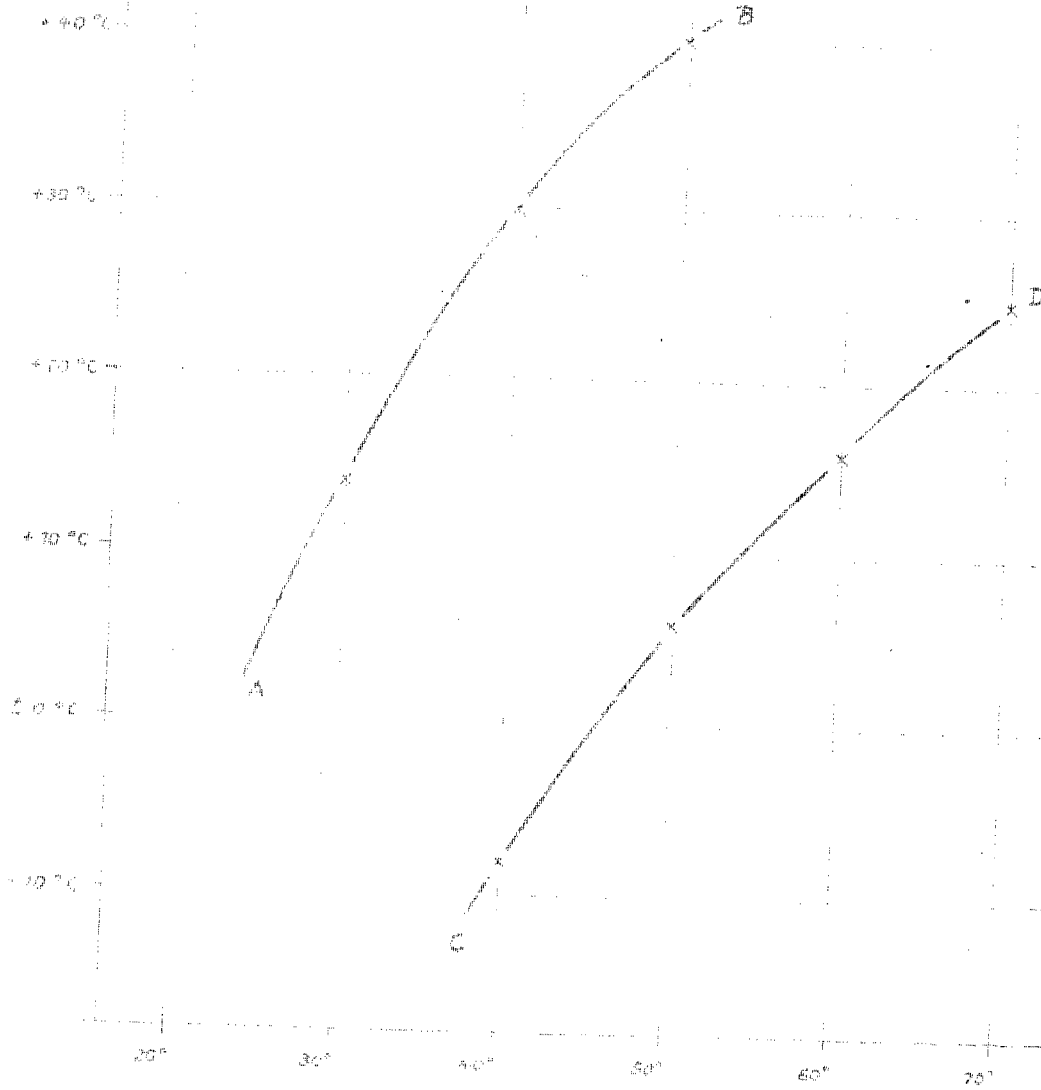


FIG 1

Alberto de Elizabur
Por Page

254891

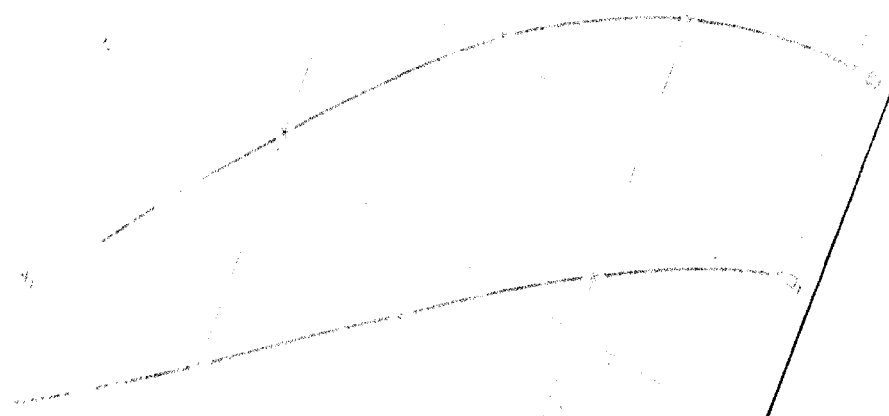
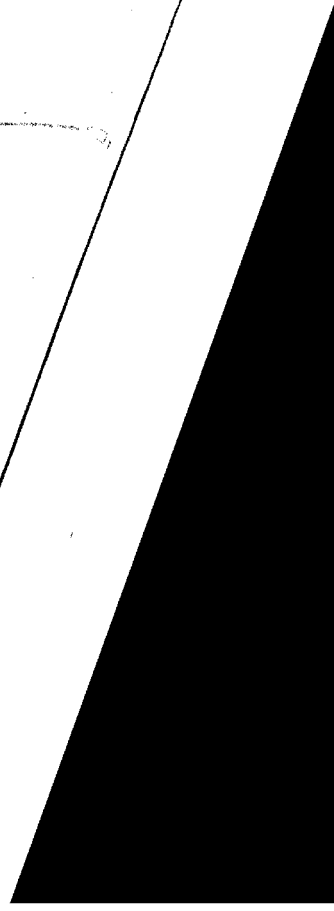


FIG 2

Handwritten signature or initials





251691

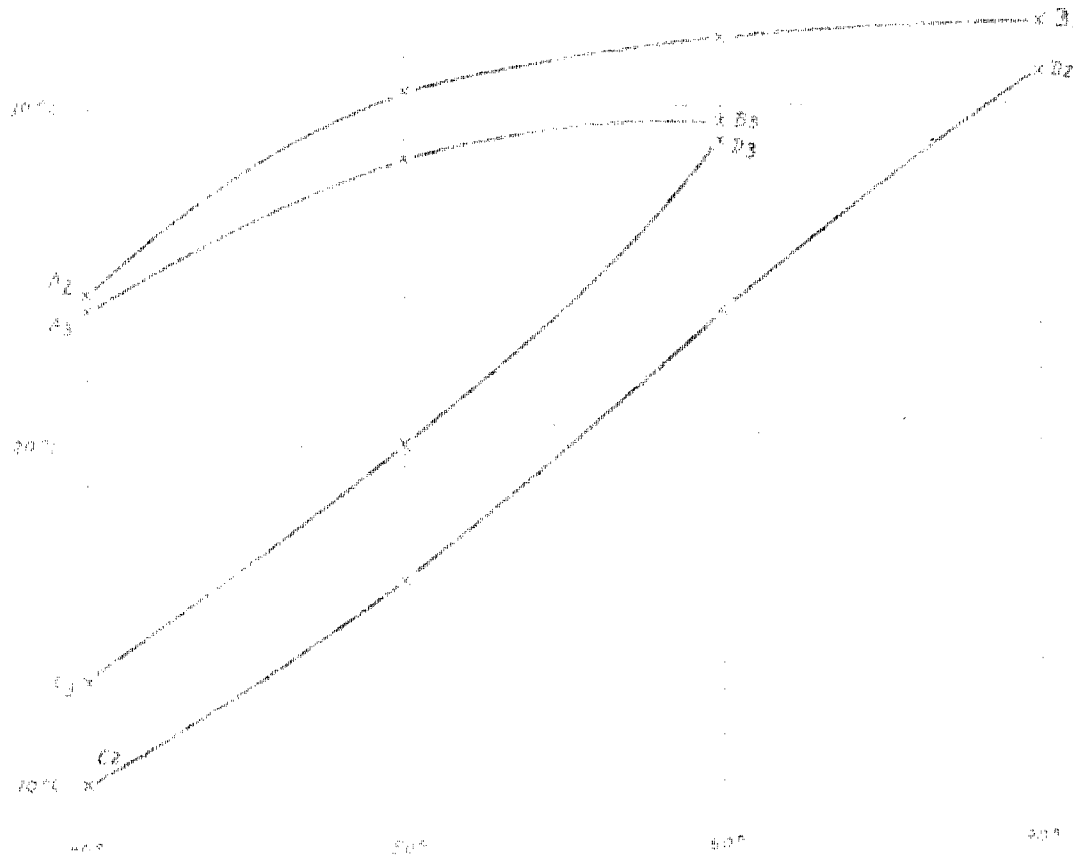


FIG 3

Alberto de Elizabete
[Signature]

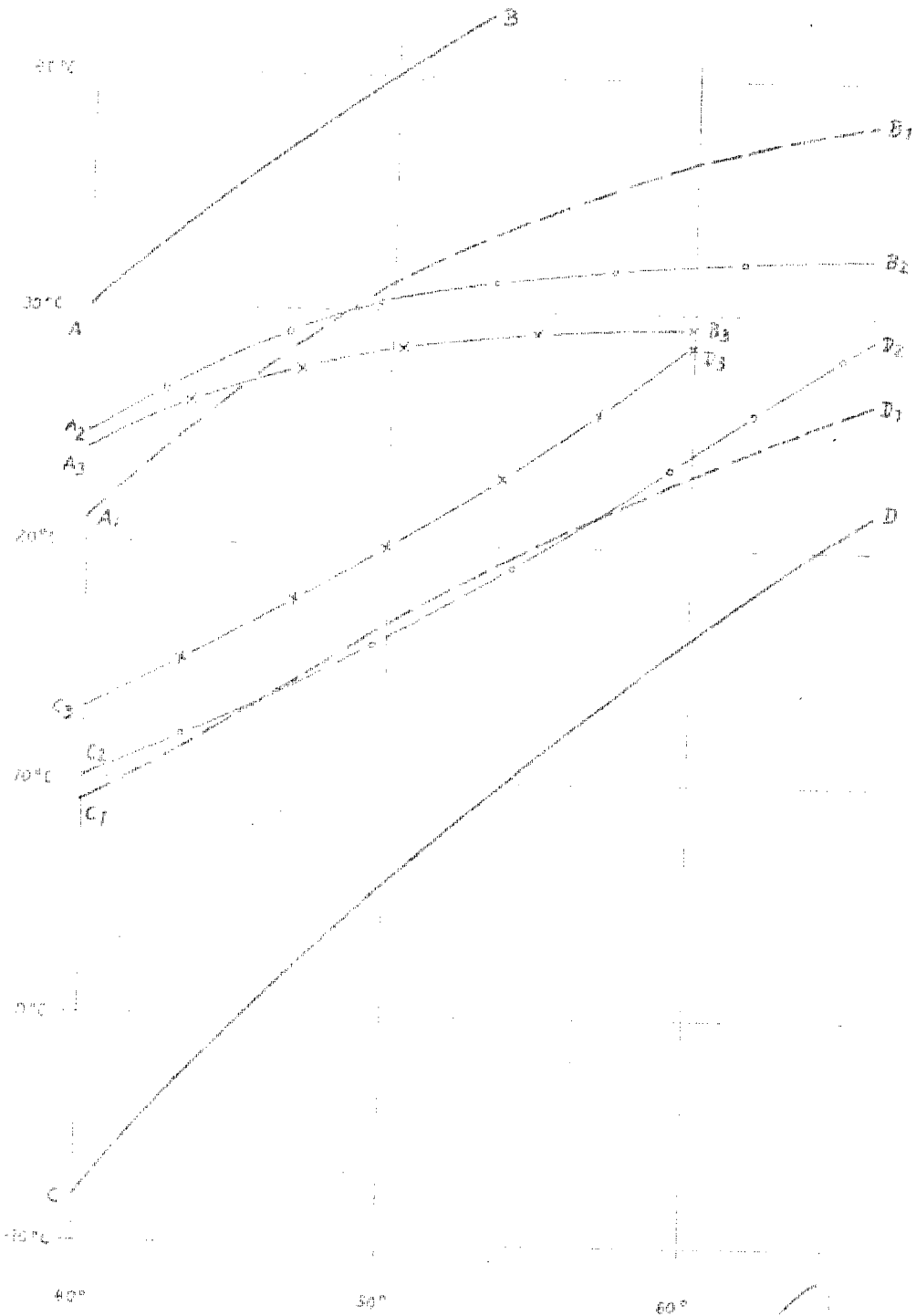


FIG 4

Alonso...

251001

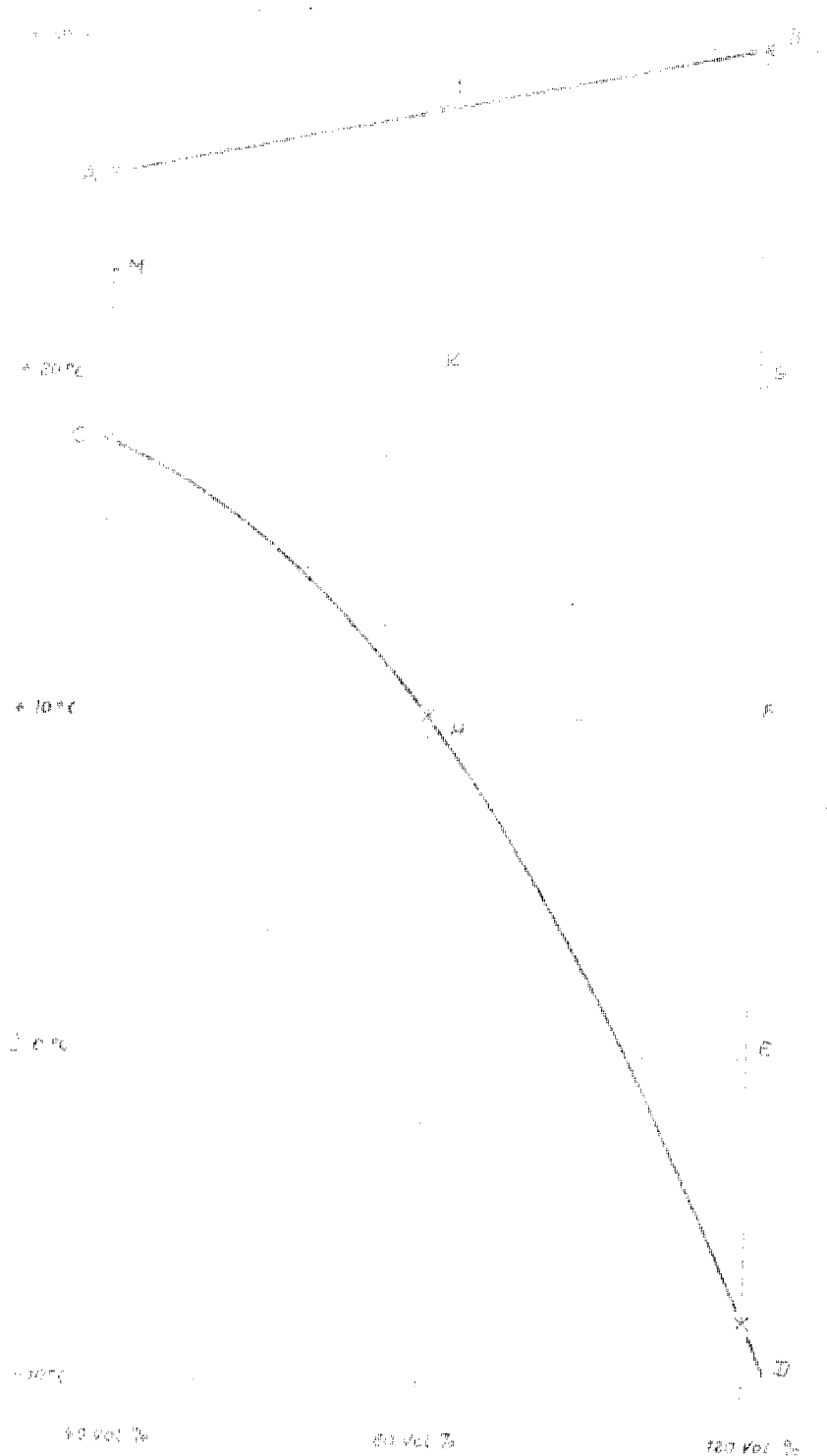


Fig 5

[Handwritten signature]

DEPENDENT VARIABLE

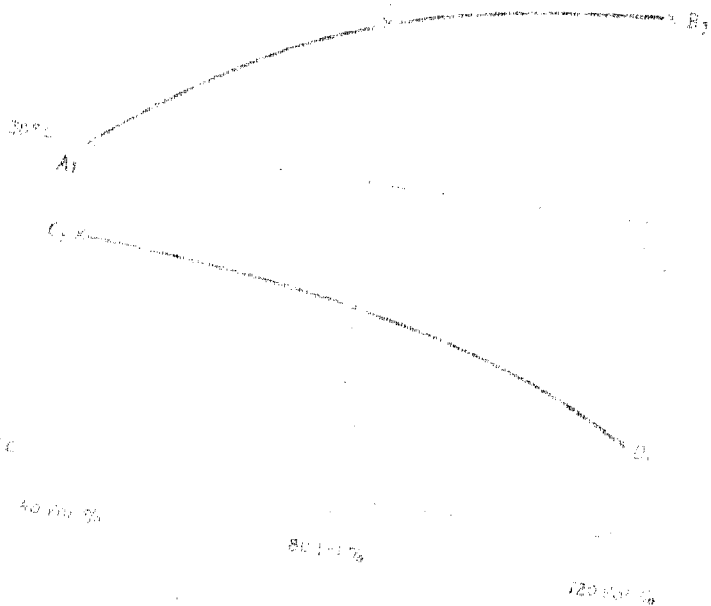


FIG 6

Handwritten signature or notes in the bottom right corner.



1931

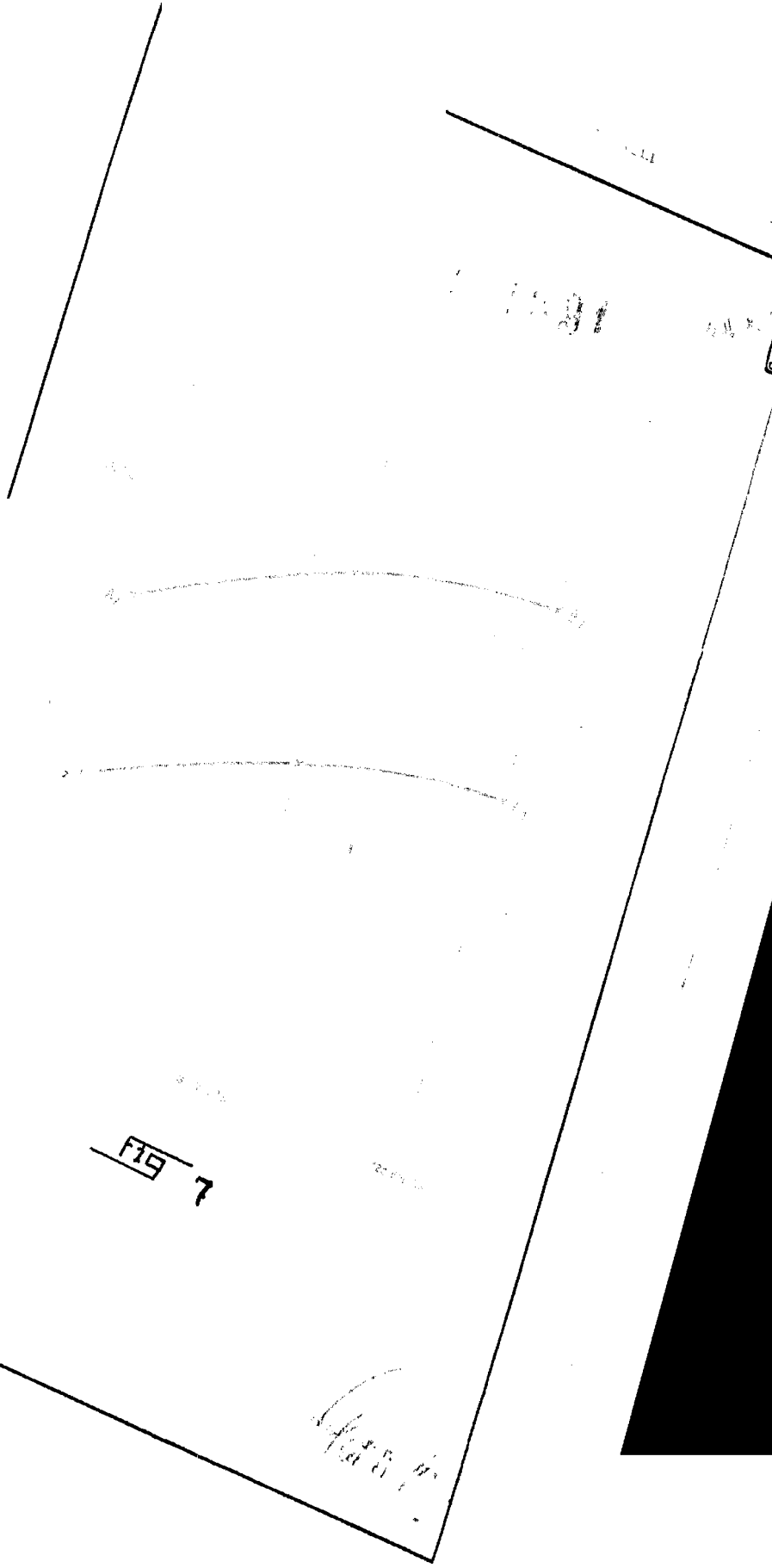


FIG 7

Handwritten signature or initials

