

350271



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un procedimiento para la extracción disolvente de un material sólido contaminado con a lo menos un hidrocarburo y agua por la parcial o completa separación de los contaminantes" - - - - -

a favor de: THE BRITISH PETROLEUM COMPANY LIMITED, de nacionalidad británica, domiciliada en Britannic House, Moor Lane, LONDON, E.C.2 (Gran Bretaña).

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la extracción disolvente de un material sólido que está contaminado con a lo menos un hidrocarburo y agua por la parcial o completa separación de los contaminantes.

5

Según la presente invención se suministra un procedimiento que comprende, en una primera etapa de extracción que consiste de uno o más grados de extracción, la extracción de un material sólido contaminado con un material sólido contaminado con una mezcla de un alcohol y un hidrocarburo con el cual forma un azeótropo, a continuación denominado como el "hidrocarburo que forma el azeótropo", dicho alcohol e hidro-

10



- 2 -

carburo que forma el azeótropo siendo respectivamente empleados a una proporción por volumen dentro del orden 30:70 a 70:30.

5 De preferencia en una segunda etapa de extracción que consiste de uno o más grados de extracción, que sigue a dicha primera etapa de extracción, el material sólido tratado de la primera etapa es extraído con un disolvente que comprende o consiste de dicho alcohol, y después de esto es recuperado el material sólido tratado.

10 De preferencia las fracciones extraídas recuperadas de las etapas de extracción son alimentadas, separadamente o después de mezcladas, a una etapa de destilación, que consiste de uno o más grados de destilación, para la recuperación por separado de (a) una mezcla azeotrópica del alcohol y el hidrocarburo que forma el azeótropo, (b) una mezcla azeotrópica del alcohol y agua y (c) una fracción residual, mezclando después parte de la mezcla azeotrópica del alcohol y agua con parte de la mezcla azeotrópica del alcohol e hidrocarburo que forma el azeótropo, siendo las partes elegidas para dar una mezcla del alcohol e hidrocarburo que forma azeótropo que contiene estos materiales respectivamente en una proporción por volumen del orden de 30:70 a 70:30 y reciclado de esta mezcla a la primera etapa de extracción.

25 Convenientemente la temperatura de los grados de la extracción se encuentra en el orden de 30-100°C, y de éste la apropiada es de 30-60°C.

Convenientemente el hidrocarburo que forma el azeótropo es el hexano normal. Convenientemente el alcohol es etanol, propanol, isopropanol o un butanol.



Convenientemente el procedimiento de la invención es aplicado a un producto bruto o parcialmente refinado del desarrollo de un microorganismo en un substrato hidrocarburo en presencia de un medio nutritivo acuoso.

5 De preferencia el microorganismo es una levadura. De preferencia la levadura contiene a lo menos 20% en peso, más particularmente 100-200% en peso de agua, basado en el peso del microorganismo puro al estado seco. Con el término "microorganismo al estado seco" queremos decir un
10 microorganismo al estado obtenido por secado a 120°C.

Si es necesario la levadura puede ser mezclada con agua antes de la extracción.

De preferencia la proporción de agua por totalidad de alcohol e hidrocarburo que forma el azeótropo se encuentra en el orden 1:4 a 1:10 en peso.
15

Si se desea, la extracción como antes se ha descrito puede ser repetida, de preferencia después de añadir agua a la levadura para dar un contenido en agua como en la primera etapa.

20 Según otro aspecto de la presente invención se suministra un procedimiento que comprende el cultivo de un microorganismo en presencia de un material de carga que consiste de o contiene un hidrocarburo, en presencia de un medio nutritivo acuoso y en presencia de un gas que contiene oxígeno libre y después separación de parte del medio nutritivo
25 acuoso; después, con o sin intervención de tratamiento, tratamiento de una fracción del producto que contiene microorganismo por extracción disolvente como antes se ha descrito.

Usualmente los hidrocarburos de cadena recta estarán



presentes en el material de carga según la invención como parafinas; no obstante, los hidrocarburos de cadena recta pueden estar presentes como olefinas; también puede ser usada una mezcla conteniendo parafinas y olefinas de cadena
5 recta.

Los materiales de carga convenientes para el procedimiento de la invención comprenden la kerosina, los gasoils y los aceites lubricantes; estos materiales de carga pueden estar sin refinar o pueden haber sufrido algún tratamiento de refinería, pero deben contener una proporción
10 de hidrocarburos de cadena recta a fin de cumplir el propósito de esta invención. Convenientemente la fracción de petróleo contendrá 3-45% en peso de hidrocarburos de cadena recta.

El procedimiento de la invención es de particular valor para el tratamiento de las fracciones gasoil del petróleo que contienen hidrocarburos de cadena recta en forma de ceras, ya que por el procedimiento de la invención se obtiene un gasoil de punto de fluidez mejorado mientras
15 las ceras son convertidas en un producto valorable.

Es un importante distintivo de esta invención que cuando se cultivan levaduras en presencia de los materiales de carga citados antes bajo condiciones que favorecen el desarrollo de las levaduras a expensas de los hidrocarburos de cadena recta, los otros hidrocarburos, por ejemplo las
20 isoparafinas, los naftenos y los aromáticos no son metabolizados o, a lo más, la proporción en que lo son es muy pequeña. Además, distintos procedimientos convencionales gobernados por la ley de acción de masas, la proporción de



separación de hidrocarburos de cadena recta no es sustan-
cialmente reducida como la proporción de estos hidrocarbu-
ros en la mezcla general de hidrocarburos decrece (excepto,
dicho sea, en las etapas más finales de la separación). Así,
5 cuando se desea, el porcentaje de conversión de hidrocar-
buros de cadena recta que se logra puede ser mantenido a un
valor aproximado al 100% sin necesidad de un gasto muy des-
proporcionado de tiempo de contacto para lograr pequeñas me-
joras. Además, en un procedimiento continuo, este elevado
10 porcentaje de conversión puede ser alcanzado sin recurrir
al uso de un largo recorrido de reacción.

Por la aplicación de este procedimiento bajo condicio-
nes que limiten el metabolismo de los hidrocarburos de ca-
dena recta es posible operar con la separación de solamen-
15 te una deseada proporción de estos hidrocarburos.

Dentro del término "microorganismo" empleado aquí noso-
tros incluimos las mezclas de microorganismos. De preferen-
cia el microorganismo es capaz de desarrollarse en a lo me-
nos alguna de las parafinas normales.

20 Los microorganismos que son cultivados como aquí se
describe pueden ser levaduras, mohos o bacterias.

Las levaduras en esta especificación son clasificadas
de acuerdo al sistema de clasificación expuesto en el "The
Yeasts a Taxonomic Study" por J. Lodder y W.J.W. Kreger-Van
25 Rij, publicado por North Holland Publishing Co. (Amsterdam)
(1952).

Las bacterias mencionadas en esta especificación son
clasificadas de acuerdo con el sistema de clasificación ex-
puesto en el "Bergey's Manual of Determinative Bacteriology"



por R.S. Breed, E.G.D. Murray y N.R. Smith, publicado por Bailliere, Tindall and Cox (Londres) 7^a Edición (1957).

De preferencia cuando se emplea una levadura ésta es de la familia Cryptococcaceae y particularmente de la subfamilia Cryptococcoideae, no obstante, si se desea pueden ser usadas, por ejemplo, levaduras ascosporogéneas de la subfamilia Saccharomycoidae. El género preferido de la subfamilia Cryptococcoideae es el *Torulopsis* (también conocido como *Torula*) y el *Candida*. Los linajes preferidos de levaduras son los siguientes. En particular es preferido usar la provisión específica indicada con el número Baarn de referencia; estos números de referencia referidos a la provisión CBS mantenida por la Centraal Bureau voor Schimmelcultuur, Baarn, Holanda y por provisión INRA mantenida por el Institut National de la Recherche Agronomique, Paris, Francia.

		Linajes preferidos
	<i>Candida lipolytica</i>	
	<i>Candida pulcherrima</i>	CBS 610
	<i>Candida utilis</i>	
20	<i>Candida utilis</i> , Variati major	CBS 841
	<i>Candida tropicalis</i>	CBS 2317
	<i>Torulopsis colliculosa</i>	CBS 133
	<i>Hansenula anomala</i>	CBS 110
	<i>Oidium lactis</i>	
25	<i>Neurospora sitophila</i>	
	<i>Mycoderma cancoillote</i>	INRA: STV 11



De los citados la *Candida lipolytica* es particularmente preferida.

Si se desea el microorganismo puede ser un moho, los mohos convenientes son el *Penicillium* y de preferencia es usado el *Penicillium expansum*. Otro género conveniente es el *Aspergillus*.

Si se desea el microorganismo puede ser una bacteria. Las bacterias convenientes son de uno de los órdenes. Pseudomonadales, ~~Ex~~bacteriales y Actinomycetales.

De preferencia las bacterias que son empleadas son de las familias *Corynebacteriaceae*, *Micrococcaceae*, *Achromobacteraceae*, *Actinomyetaceae*, *Rhizobiaceae*, *Bacillaceae* y *Pseudomonadaceae*. Las especies preferidas son la *Bacillus megaterium*, *Bacillus subtilis* y *Pseudomonas aeruginosa*.

Otros linajes que pueden ser empleados comprenden:

Bacillus amylobacter

Pseudomonas natriegens

Arthrobacter sp.

Micrococcus sp.

Corynebacterium sp.

Pseudomonas syringae

Xanthomonas begoniae

Flavobacterium devorans

Acetobacter sp.

Actinomyces sp.

Nocardia opaca



1959

- 8 -

Estas bacterias se desarrollan en presencia del nutriente acuoso siguiente:

	NH_4Cl	0.5 gramos
	NaCl	4 gramos
5	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.5 gramos
	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	0.5 gramos
	KH_2PO_4	0.5 gramos

De preferencia el pH de este medio es mantenido a 7.

Otro medio nutritivo acuoso es:

10	K_2HPO_4	1 gramo
	KH_2PO_4	0.5 gramos
	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.5 gramos
	CaCl_2	0.1 gramos
	NaCl	0.1 gramos

15 Agua hasta alcanzar los 1000 mls.

Un medio nutritivo acuoso para levaduras y mohos tiene

la composición:

	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	2 gramos
	KCl	1.15 gramos
20	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.65 gramos
	ZnSO_4	0.17 gramos
	$\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	0.045 gramos
	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.068 gramos
	Agua corriente	200 mls.
25	Extracto de levadura	0.025 gramos
	Agua destilada (hasta alcanzar los 1000 mls.)	



El desarrollo del microorganismo usado es favorecido por la adición al medio de cultivo de una muy pequeña proporción de extracto de levadura (un producto industrial rico en nutrilitos esenciales, es decir, factores de desarrollo
5 obtenidos por la hidrólisis de una levadura) o más generalmente de los nutrilitos esenciales. Los nutrilitos esenciales comprenden la biotina, el ácido pantoténico, el ácido nicotínico, la tiamina, el inositol y la piridoxina. La cantidad de extracto de levadura adicionado es de preferen-
10 cia del orden de 25 partes por millón. La cantidad de cada nutrilito requerida varía entre aproximadamente 0.1 partes por millón de biotina a aproximadamente 10 partes por millón de inositol.

El desarrollo del microorganismo toma lugar a expensas
15 de la fracción de material de carga con la producción intermedia de cuerpos que tienen una función ácido, principalmente ácidos grasos, de tal manera que el pH del medio mineral acuoso progresivamente disminuye. Si esto no se corri-
ge, el desarrollo se detiene muy rápidamente y la concentra-
20 ción del microorganismo en el medio, o densidad celular, no se incrementa más de manera que se alcanza la denominada fase estacionaria.

Preferiblemente por ésto el medio nutritivo acuoso es
mantenido a un deseado pH por la intermitente o continua
25 adición de un medio acuoso de elevado valor pH. Generalmente, cuando se usan mohos o levaduras y en particular cuando se usa *Candida lipolytica*, el pH del medio nutritivo será mantenido en el orden de 3-6 y de preferencia en el orden 4-5 (las bacterias requieren un pH más elevado, generalmen-



te 6.5-8). Materiales alcalinos convenientes para la adición a la mezcla de desarrollo comprenden el hidróxido sódico, el hidróxido potásico, el fosfato disódico hidrogenado, y el amoniaco, ya libres o en solución acuosa.

5 La temperatura óptima de la mezcla de desarrollo variará según el tipo de microorganismo empleado y debe generalmente hallarse en el orden 25-35°C. Cuando se usa *Candida lipolytica* la temperatura preferida está en el orden de 28-32°C.

10 La toma de oxígeno es esencial para el desarrollo del microorganismo. El oxígeno debe generalmente ser provisto como aire. Con el fin de mantener una rápida proporción de desarrollo, el aire, empleado para proveer oxígeno, debe estar presente en forma de finas burbujas bajo la acción de
15 agitación. El aire puede ser introducido a través de una superficie aglomerada. No obstante puede ser usado un sistema de íntima aeración conocido como "aeración torbellino".

Se ha establecido que por el uso de levaduras del linaje *Candida lipolytica* en un procedimiento de acuerdo con
20 el de la invención en el cual la aeración se efectúa por "aeración torbellino", una elevada proporción de desarrollo es alcanzada con lo cual el tiempo de generación se encuentra en el orden de 2-5 horas y la concentración celular es aumentada por un factor de sobre 1.000 en dos días.

25 Los microorganismos y en particular las levaduras, cultivadas en primer lugar con el uso de fracciones hidrocarburo como material de carga, algunas veces se desarrollan con dificultad y es algunas veces necesario usar un unoculador de microorganismo que previamente haya sido adap-



1968

- 11 -

tado para desarrollarse en la fracción hidrocarburo que se intenta usar. Además el microorganismo aunque cultivado en presencia de un medio mineral acuoso conteniendo los elementos nutritivos apropiados, puede desarrollarse con dificultad, a causa que la fracción hidrocarburo no con-
5 tenga los factores de desarrollo que existen en los materiales de carga carbohidratados, a no ser que estos factores de desarrollo sean adicionados.

En operación discontinua, el microorganismo debe generalmente desarrollarse inicialmente con una baja proporción del incremento de la densidad celular (Este periodo de desarrollo es referido como la "fase retardada"). Posteriormente la proporción de desarrollo debe aumentarse a una proporción más elevada de desarrollo; el periodo a la proporción más elevada de desarrollo es referida como "fase
10 exponencial" y posteriormente otra vez la densidad celular se mantendrá constante (la fase estacionaria).

Una provisión del microorganismo para iniciar la nueva operación será preferiblemente separada antes de la terminación de la fase exponencial.
15

La operación de desarrollo debe generalmente ser interrumpida antes de la fase estacionaria.

En ésta etapa será generalmente posible separar el microorganismo, contaminado con algo de material de carga sin metabolizar y medio nutritivo acuoso, del grueso de la fracción de material de carga sin metabolizar. De preferencia la separación se logra por medio de una decantación; adicionalmente o alternativamente se puede usar la centrifugación. La fracción conteniendo el microorganismo
20
25



es ahora sometida a tratamiento con un medio de tratamiento acuoso conteniendo un agente tensoactivo.

De preferencia la fracción microorganismo es mezclada vigorosamente con el agente acuoso tensoactivo, y, sin un
5 ulterior periodo de desarrollo del microorganismo, es sometido a ulterior separación, de preferencia por centrifugación, para recuperar una fracción microorganismo y una fase acuosa agotada que contiene impurezas de hidrocarburos separadas del microorganismo. Si es necesario, las fases
10 de lavado y separación pueden ser repetidas, una vez o más, usando un agente acuoso tensoactivo en la fase de lavado. Después del lavado con agente tensoactivo es necesario lavar con un medio acuoso que esté libre del agente tensoactivo: de preferencia este medio será agua. Además si se desea,
15 una serie de etapas de lavados y separación pueden ser empleadas.

De preferencia las etapas de lavado son efectuadas hasta que el contenido del hidrocarburo del microorganismo es menor que 7% basado en el peso del microorganismo (como
20 calculado en el estado seco). De preferencia dicho contenido de hidrocarburo será menor que 5%.

Como agentes tensoactivos para ser empleados en el lavado serán usados los agentes tensoactivos catiónicos tales como el cloruro amónico esteariltrimetilo, agentes tensoactivos no iónicos, por ejemplo los condensados de ácido oleico
25 y óxido de etileno, o agentes tensoactivos aniónicos, por ejemplo los alquilsulfatos sódicos.

La fracción que contiene el microorganismo es luego sometida a extracción disolvente bajo las condiciones antes



descritas.

Los hidrocarburos recuperados en la fase de extracción por extracción disolvente, aún cuando metabolizables, pueden ser reciclados a la etapa de cultivo del microorganismo.

5 Una levadura que ha sido librada de la totalidad o de parte de los lípidos y de los hidrocarburos contaminadores por uno de los métodos descritos antes es un producto industrial nuevo.

10 Según un carácter preferido de esta invención se provee un procedimiento que comprende el cultivo de un microorganismo de una manera como antes se ha descrito en presencia de una fracción del petróleo que consiste en parte de hidrocarburos de cadena recta y que tienen un peso medio molecular correspondiente a lo menos a 10 átomos de carbono por molécula, y en presencia de un medio nutritivo acuoso; y en
15 presencia de un gas que contiene oxígeno libre, y separación de la mezcla, por una parte, del microorganismo y, por otra parte, de una fracción del petróleo que tiene una reducida proporción de hidrocarburos de cadena recta o que está libre de dichos hidrocarburos de cadena recta y después trata-
20 miento del microorganismo como antes se ha descrito.

Los métodos preferidos para usar en el cultivo del microorganismo y para la recuperación del producto son descritos en las patentes británicas números 914.563 y 514.568 y también en las patentes británicas solicitadas números:



36873/62 (SFP 1125)	49062/62 (SFP 1420)
44606/63 (SFP 1300)	49063/62 (SFP 1421)
46906/62 (SFP 1300-A)	45004/63 (SFP 1626)
19918/63 (SFP 1400)	45005/63 (SFP 1627)
25210/63 (SFP 1401)	45002/63 (SFP 1628)
44998/63 (SFP 1603)	7623/63 (SFP 1629)
2234/63 (SFP 1404)	19271/63 (SFP 1440)
49049/62 (SFP 1407)	45001/63 (SFP 1641)
49050/62 (SFP 1408)	25229/64 (SFP 1644)
45102/63 (SFP 1609)	38942/63 (SFP 1508)
49052/62 (SFP 1410)	183/64 (SFP 1512)
49055/62 (SFP 1413)	184/64 (TD 1513)
45010/63 (SFP 1612)	11860/64 (SFP 1516)
49056/62 (SFP 1414)	182/64 (SFP 1522)
49057/62 (SFP 1415)	46411/63 (SFP 1532)
45009/62 (SFP 1616)	21209/64 (SFP 1574)
49060/62 (SFP 1418)	26498/64 (SFP 1575)
49061/62 (SFP 1419)	22743/64 (RSO 1618)
5085/64 (SFP 1749)	25229/64 (SFP 1644)
25648/65 (SFP 1779)	11703/65 (RSO 1761)
28092/65 (SFP 1125-D)	27284/65 (SFP 1676)
31457/65 (SFP 1714)	28766/65 (SFP 1796)
32648/65 (RSO 1806)	32645/65 (SFP 1795)
32650/65 (SFP 1808)	32649/65 (SFP 1807)



45662/65 (RSO 1855)	44388/65 (SFP 1700)
59954/65 (TD 1875)	49604/65 (RSO 1860)

y también en la solicitud francesa nº 924.254 (SFP 1402)

La invención es ilustrada pero sin carácter alguno limitativo con referencia a los Ejemplos siguientes:

Ejemplo 1

10 litros del siguiente medio mineral acuoso fué introducido en un fermentador agitado de 15 litros; las partes son en peso:

Fosfato sódico, tribásico	3.4
Cloruro potásico	0.6
Sulfato de magnesio	0.3
Sulfato amónico	2.5

15 completado con 1000 partes con agua dulce conteniendo muy pequeñas cantidades de elementos.

Un alternativo medio conveniente tiene la composición:

Fosfato diamónico	2
Cloruro potásico	1.15
20 Sulfato de magnesio 7H ₂ O	0.65
Sulfato de zinc	0.17
Sulfato de manganeso 1H ₂ O	0.045
Sulfato ferroso, 7H ₂ O	0.068
Agua corriente	200
25 Extracto de levadura	0.025
Agua destilada (hasta las 1000 partes)	

Al fermentador fueron adicionadas unas pocas partes por millón de extracto de levadura y luego 50 gramos de Candida lipolytica en la forma de una crema acuosa conteniendo 20% en peso de material seco y luego 150 gramos de un gasoil pe-



sado de origen del petróleo conteniendo 20% en peso de parafinas normales.

5 Cuando el cultivo alcanzó la concentración deseada de células de levadura para la operación continua, la alimentación continua, al fermentador, de medio mineral acuoso y aceite del petróleo fué iniciada. La temperatura fué mantenida a 30°C y el pH del medio fué mantenido regularmente a pH-4 por la adición de amoníaco acuoso.

10 Esta emulsión fué alimentada a un separador centrífugo del cual fueron recuperadas tres fases, siendo, en orden de incremento de densidad; - (a) una fase aceite conteniendo las células de levadura, (b) una fase de medio mineral acuoso (que puede contener trazas de aceite y levadura) y (c) una crema de levadura conteniendo aproximadamente 1 parte de levadura, 4 partes de medio acuoso y una cierta cantidad de aceite adherido a las células de levadura.

15 La crema de levadura y una solución acuosa de un agente tensoactivo, fueron alimentados continuamente a una mezcla.

20 El agente tensoactivo fué usado en una concentración acuosa de 0.05% en volumen, 2 partes en volumen de la solución acuosa siendo adicionada a 1 parte en volumen de la crema de levadura. El agente tensoactivo era un material vendido bajo la marca denominada NI 29 y siendo el producto obtenido por condensación de una mezcla de alcohol láurico y alcohol mirístico con óxido de etileno, teniendo el producto una cadena de ácido de etileno de un promedio de 8.5 unidades por grupo terminal.

25 La mezcla así obtenida fué centrifugada para obtener tres fracciones; - en orden de aumento de densidad: (a) una



5 fase oleosa, (b) una fase acuosa conteniendo el producto tensoactivo que fué reciclada a la mezcla y (c) una segunda crema de levadura conteniendo una parte en peso de levadura (la cual estaba aún ligeramente contaminada por el aceite) con 4 partes en peso de líquido acuoso conteniendo el tensoactivo.

10 Esta segunda crema de levadura fué pasada con agua a un mezclador y la mezcla así obtenida fué centrifugada para obtener: - (a) una fase oleosa, (b) una fase acuosa y (c) una espesa crema de levadura conteniendo 20% en peso de levadura (estimado en levadura seca) y 80% en peso de agua y que contenía solamente una muy pequeña cantidad de aceite.

15 Después de un subsiguiente enjuague en agua seguido de centrifugación se obtuvo un producto de levadura conteniendo 65% en peso de agua, junto con muy pequeñas cantidades de hidrocarburos contaminadores. Por ulterior centrifugación se obtuvo una crema de levadura impura conteniendo cerca de 1 parte en peso de levadura contaminada seca por 1.5 partes en peso de agua.

20 Esta crema de levadura fué entonces bombeada dentro un extractor que estaba en forma de un tambor filtrante en rotación por su eje horizontal. Una mezcla disolvente consistiendo de 3 partes en volumen de IPA y 5 partes en volumen de una mezcla azeotrópica (de la cual la composición es 25 hexano normal 80% en peso, y alcohol isopropilo en 20% en peso) fué vertida dentro del extractor, siendo los volúmenes del disolvente basados en 1 parte por volumen de levadura (contaminada) seca.

La mezcla fué mantenida a 80°C durante 20 minutos y



luego el disolvente separado, finalmente bajo vacío.

Un segundo grado de extracción fué efectuado idénticamente al primero.

5 En una segunda etapa de extracción el material sólido que fué recuperado fué lavado con alcohol isopropilo a una proporción de 4 volúmenes por 1 volumen de levadura seca a 50°C durante 90 minutos. El resto de disolvente y contaminadores fueron separados. Finalmente el producto de levadura fué secado en una corriente supercalentada.

10 El análisis de la crema de levadura formada que fué tratada por extracción disolvente y el producto de levadura final después de la extracción disolvente se da en la Tabla siguiente:

	Crema de levadura.	Producto de levadura final.
Nitrógeno % en peso de levadura seca	9.8	11
Total de lípidos % en peso de levadura seca	13	0.5

El producto de levadura así obtenido, libre de contaminador, puede ser usado como material de forraje.

15 Las fracciones de disolvente consumidas fueron recogidas y mezcladas. La mezcla fué calentada a 60°C usando un permutador tubular, luego llevada dentro una columna de destilación de 24 placas operando bajo presión atmosférica y con una proporción de reflujo de 1/1 para recuperar tres fracciones como siguen:



(a) fracción superior

(b) fracción sacada de una corriente a altura media.

(c) fracción inferior

5 La composición de estas fracciones, en partes en peso por 100 partes en peso de la mezcla disolvente destilada, fué como sigue:

	Fracción (a)	58.7
	<hr/>	
	Isopropanol	18.7
	Hexano normal	40.0
10	Fracción (b)	21.8
	<hr/>	
	Isopropanol	18.9
	Agua	2.9
	Fracción (c)	19.5
	<hr/>	
15	Isopropanol	-
	Agua	17.5
	Lípidos	2.0

Las fracciones (a) y (b) fueron mezcladas, para suministrar los disolventes para las segundas etapas de extracción.

Ejemplo 2

20 El procedimiento descrito en el Ejemplo 1 fué repetido, la "segunda crema de levadura" como aquí se ha descrito fué pasada con agua a un mezclador y la mezcla centrifugada para obtener las fases como se ha descrito excepto que la crema de levadura que se obtuvo contenía 15% en peso de levadura
25 ra (estimada como levadura seca) y 84.4% en peso de agua y 0.5% en peso de gasoil.



Después de deshidratación por aspersión parte de este material restante fué mezclado de nuevo para dar una pasta de levadura conteniendo 1 parte en peso de levadura contaminada seca por 1-5 partes en peso de agua. Este material fué
5 bombeado dentro de un extractor y ulteriormente tratado como se ha descrito en el Ejemplo 1 con los mismos resultados como se ha descrito.

Ejemplo 3

El procedimiento descrito en el Ejemplo 1 fué repetido excepto que la *Candida tropicalis* fué usada en lugar de la
10 *Candida lipolytica*.

Se obtuvieron resultados similares.

Ejemplo 4

El procedimiento descrito en el Ejemplo 2 fué repetido excepto que la *Candida tropicalis* fué usada en lugar de
15 la *Candida lipolytica*.

Se obtuvieron resultados similares.

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la
20 explotación exclusiva de:

1.- Un procedimiento para la extracción disolvente de un material sólido contaminado con a lo menos un hidrocarburo y agua por la parcial o completa separación de los contaminantes, caracterizado por el hecho que comprende, una
25 primera etapa de extracción que consiste de uno o más grados de extracción, extracción de un material sólido contaminado



5 con una mezcla de un alcohol y un hidrocarburo que forma azeótropo como se ha definido, dicho alcohol e hidrocarburo que forma azeótropo empleándose respectivamente en una proporción por volumen dentro del orden 30:70 a 70:30, siendo dicho material sólido contaminado un material contaminado con a lo menos un hidrocarburo y que contiene agua en una cantidad en exceso de la cantidad de agua presente en el microorganismo en el estado seco.

10 2.- Un procedimiento para la extracción disolvente de un material sólido contaminado con a lo menos un hidrocarburo y agua por la parcial o completa separación de los contaminantes, caracterizado por el hecho que comprende, una primera etapa de extracción que consiste de uno o más grados de extracción, extracción de un material sólido contaminado con una mezcla de un alcohol y un hidrocarburo que forma azeótropo como se ha definido, dicho alcohol e hidrocarburo que forma azeótropo empleándose respectivamente en una proporción por volumen dentro del orden 30:70 a 70:30, siendo dicho material sólido contaminado un material contaminado con a lo menos un hidrocarburo y que contiene agua en una cantidad en exceso de la cantidad presente en el microorganismo en el estado seco y en donde, en una segunda etapa de extracción que consiste de uno o más grados de extracción, sigue dicha primera etapa de extracción, el material sólido tratado de la primera etapa es extraído con un disolvente que comprende o consiste de dicho alcohol, después recuperación del material sólido tratado.

25 3.- Un procedimiento, tal como el especificado en 1 o 2



5 caracterizado por el hecho que las fracciones extraídas recuperadas de las etapas de extracción son alimentadas, separadamente o después de mezcladas, a una etapa de destilación, que consiste de uno o más grados de destilación, para la recuperación por separado de (a) una mezcla azeotrópica del alcohol y el hidrocarburo que forma azeótropo, (b) una mezcla azeotrópica del alcohol y agua y (c) una fracción residual, después mezclado de parte de la mezcla azeotrópica del alcohol y agua con parte de la mezcla azeotrópica del alcohol y hidrocarburo que forma azeótropo, siendo las partes elegidas para dar una mezcla del alcohol y hidrocarburo que forma azeótropo conteniendo estos materiales respectivamente en una proporción por volumen en el orden 30:70 a 70:30 y reciclación de esta mezcla a la primera etapa de extracción.

15 4.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho que el hidrocarburo que forma azeótropo es el hexano normal.

20 5.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho que el alcohol es el etanol, propanol, isopropanol o un butanol.

25 6.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho que el material sólido contaminado es un producto crudo o parcialmente refinado del desarrollo de un



microorganismo en un substrato hidrocarburo en presencia de un medio nutritivo acuoso.

5 7.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho que el microorganismo es un microorganismo que consume una parafina normal.

8.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho que el microorganismo es una levadura.

10 9.- Un procedimiento, tal como el especificado en 8, caracterizado por el hecho que la levadura es de la familia Cryptococcaceae.

15 10.- Un procedimiento, tal como el especificado en 9, caracterizado por el hecho que la levadura es de la subfamilia Cryptococcoideae.

11.- Un procedimiento, tal como el especificado en 10, caracterizado por el hecho que la levadura es del género Torulopsis.

20 12.- Un procedimiento, tal como el especificado en 10, caracterizado por el hecho que la levadura es del género Candida.

13.- Un procedimiento, tal como el especificado en 12, caracterizado por el hecho que la levadura es Candida lipolytica.

25 14.- Un procedimiento, tal como el especificado en 12, caracterizado por el hecho que la levadura es Candida tropicalis.

15.- Un procedimiento, tal como el especificado en una



cualquiera de las reivindicaciones 1-7, caracterizado por el hecho que el microorganismo es una bacteria.

5 16.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho que el material tratado es una fracción de producto conteniendo microorganismos obtenida por un proceso de cultivo y purificación de un microorganismo que comprende el cultivo de un microorganismo en presencia de un material de carga que consiste de o contiene un hidrocarburo, en presencia de un medio nutritivo acuoso y en presencia de un gas conteniendo oxígeno libre y después separación de parte del medio nutritivo acuoso, después de intervención o no de un tratamiento.

10 17.- Un procedimiento, tal como el especificado en 16, caracterizado por el hecho que el material de carga es una fracción del petróleo.

15 18.- Un procedimiento, tal como el especificado en 16 o 17, caracterizado por el hecho que el material de carga es un gasoil.

20 19.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho que a lo menos uno de los grados de la extracción disolvente es efectuado a una temperatura del orden de 30-100°C.

25 20.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho que el material sólido contaminado es un microorganismo que contiene a lo menos 20% de agua en exceso del agua presente en el microorganismo al estado seco.



- 25 -

21.- Un procedimiento, tal como el especificado en 1, y sustancialmente como se ha descrito en uno cualquiera de los Ejemplos expuestos.

5 22.- Un procedimiento para la extracción disolvente de un material sólido contaminado con a lo menos un hidrocarburo y agua por la parcial o completa separación de los contaminantes.

Consta la presente memoria descriptiva de veinticinco hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 30 de Enero de 1968.

E. LAVIN REYNALDO
p. E.