



362146

C/10 L 00/ص

| |
|--------------------------|
| SECCION TECNICA |
| CLASIFICACION I. P. C. |
| CLASE <u>C</u> <u>10</u> |
| SUBCLASE <u>L</u> |

MEMORIA DESCRIPTIVA

QUE SE ACOMPAÑA A LA SOLICITUD DE REGISTRO DE

PATENTE DE INVENCION

Por 20 años en España y Provincias de Ultramar

a favor de:

GELSA, S.A., domiciliada en Glorieta de Rubén

Darío 3 -MADRID-

INVENTOR: Dr. CANDIDO MONTOYA LIROLA - Químico-

Farmacéutico, domiciliado en MADRID, Capitán Haya

nº 2 - 3º A.

Por:

"PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN EL PROCEDIMIENTO
PARA LA ELABORACION DE GELES, ESPECIALMENTE DE COMBUS-
TIBLES LIQUIDOS, Y SU REVERSIBLE LICUACION POSTERIOR".

-ooOoo-



El presente Invento se refiere a los Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento para la elaboración de Geles de líquidos orgánicos (Hidrocarburos) con empleo de una substancia gelificadora, y la reversible liquefacción de los Geles así obtenidos, a un momento cualquiera.

Es conocido ya el transformar substancias líquidas, especialmente por razones de un más fácil almacenamiento, más rápida carga, transporte y descarga, mediciones más cómodas y, a veces, también de seguridad, en una materia sólida tal como, p.e., los Geles. En tales casos es naturalmente importante que la necesaria gelificación pueda llevarse a cabo sin la intervención de procesos, medios y aparatosos montajes, sino por medios y manipulaciones sencillos y fácilmente asequibles, que por la formación del Gel no se produzca ningún cambio químico de la substancia líquida a gelificar, es decir, que esta substancia, abstracción hecha del estado físico, quede, en lo posible, mantenida inalterada y que, p.e., pueda ser recuperada inalterada del Gel. También aquí es de suma importancia el que esta retransformación sea factible sin cambios químicos y, además, sin necesidad del empleo de medidas y procedimientos ni aparatos complicados y costosos. Para la Gelificación es además de mucha importancia que el contenido en materia activa en el Gel elaborado resulte ser alto, es decir, que sea obtenido un Gel con el contenido de materia activa mayor posible, de un modo sencillo.

La meta del Invento es la elaboración de Geles empleando hidrocarburos líquidos, hasta, eventualmente,



substituidos, y debiendo poseer estos Geles la propiedad de permitir el fácil retorno del hidrocarburo en ellos contenido a su estado líquido.

35 Sorprendentemente se ha podido ver últimamente que tal fin se consigue del modo más sencillo posible al mezclar intimamente el hidrocarburo líquido a gelificar con albuminoides o bien albúminas vegetales. Saponinas y extractos viscosos de plantas y hallándose la cuantía de la substancia gelificadora (contenido en materia sólida) 40 generalmente en los confines de, aproximadamente, 0,1 a 3%, preferiblemente de aproximadamente 0,6 a 1,8% de peso referida a la masa total.

Dentro del marco del Invento, se pueden gelificar hidrocarburos líquidos naturales o sintéticos alifáticos y/o aromáticos, eventualmente substituidos. Y, así, 45 el procedimiento puede llevarse a cabo, p.e., con mezclas de hidrocarburos alifáticos ramificados y/o de encadenación continua con 6 a 8 átomos de carbono, alifatos nitro-substituidos y/o halogenados, con cicloalifatos, éteres, 50 hidrocarburos aromáticos mono o polinucleares, eventualmente substituidos, como Benzol, Toluol, Xilol, u otros mono o polinucleares aromáticos alquil substituidos, nftalinderivados, Alcoholes aromáticos superiores, Aromáticos halogen- y/o nitrogen-substituidos. Aún con aque- 55 llos, eventualmente substituidos, sistemas cíclicos donde uno o varios de los átomos de carbono del ciclo fueron permutados por nitrógenos, oxígeno y/o azufre, o sea, con Esterociclos, es aplicable el procedimiento según el invento. Una muy especial importancia merece el procedi- 60 miento según el invento, por la posibilidad que ofrece a gelificar carburantes y sus mezclas de toda clase so-



bre la base de hidrocarburos, pues hace factible la transformación sencilla y rápida en un Gel muy fijo de, precisamente, los carburantes de clase normal y Super para Motores de combustión que se hallan en el comercio. También pueden ser gelificados los gases licuables como Butano, Propano, sus mezclas y/u otros, aún cuando su fase líquida haya de ser mantenida a presiones altas y bajas temperaturas; siempre y cuando la gelificación (el proceso físico en sí) se haga en las mismas condiciones en que los gases fueron licuados.

La procedencia de las materias a gelificar es relativamente indiferente, es decir, podrá tratarse de productos sintéticos como de naturales; podrán, p.e., emplearse directamente partes del Petroleo, de la Brea de hulla o de los productos y subproductos resultantes durante el proceso de bonificación del petroleo, de la brea y de la Hulla, etc.

El producto gelificador propiamente dicho, comprende albuminoides de plantas o albúminas vegetales, saponinas, particularmente las sapogeninas y extractos viscosos de plantas. Todas estas materias pueden obtenerse de modo sencillo por extracción de productos naturales. Así son, p.e. obtenibles los albuminoides respectivamente las albúminas vegetales, por extracción y también las saponinas, o sea el grupo formado por sapotoxinas y sapogeninas puede conseguirse de esta misma manera. Especialmente las sapogeninas han dado los mejores resultados en el sentido del invento. Los demás extractos viscosos vegetales empleados ocupan un término medio entre las resinas por un lado, y los extractos vegetales-gomas por el otro lado. Mientras la mayoría de las resinas son insolubles en el agua, pero solubles en disolventes orgánicos como el alcohol, y los extractos vegetales



95 gomosos al contrario, son solubles en el agua, pero generalmente insolubles en los disolventes orgánicos, como el alcohol, resultan solubles los extractos viscosos-resinosos de plantas en mezclas de alcohol-agua.

100 Por ésta razón, se emplea para la propia gelificación, a menudo una preparación acuo-alcoholica de las materias arriba mencionadas, y hasta con un tan reducido contenido en alcohol como 2 hasta 15, preferiblemente 5 a 10% de alcohol en peso, y teniendo muy en cuenta que la concentración de las materias sólidas en estas soluciones acuo-alcohólicas podrá variar entre límites muy amplios, p.e., los medios gelificadores con un contenido de materias sólidas de 1 a 6 o preferentemente de 1,5 a 2,5% en peso referido a la masa total gelificada, puede emplearse sin titubear. También las participaciones en los distintos participantes en materias sólidas de la mezcla gelificadora podrán variar en vastos límites, pudiéndose determinar de un modo sencillo, mediante pruebas a mano, en dependencia de 110 la materia a gelificar, y la consistencia deseada del Gel, y de la cuantía del medio gelificador a emplear, la mezcla de eficacia óptima.

115 Según explicado ya, el producto gelificador puede obtenerse directamente por simple extracción de materias vegetales y haciéndose aquí observar que no es de temer de modo alguno que la presencia de determinadas cantidades de particulas vegetales extrañas, pueda influir desfavorablemente la eficiencia gelificadora porque, al contrario, el procedimiento según el invento se distingue precisamente 120 por su alta tendencia formativa y la favorable estabilidad de los Geles, de manera que tampoco la presencia de ciertas materias extrañas en la propia masa por gelificar pueden



125 influir seriamente la operación perseguida. A este tenor
es p.e., posible someter crecimientos como los de Divi-
Divi, de raices de Yam, Frutos del árbol de Nuez de jabón
y muchos otros más, al tratamiento siguiente:

130 Macerar los productos debidamente preparados en
una mezcla de agua y alcohol durante 48 horas, prosiguien-
do después la operación agitando y revolviendo periódica-
mente hasta agotamiento total del material, según el proce-
dimiento de contra-corriente, con subsiguiente filtración
por centrifugación y prosiguiendo con evaporación bajo va-
cuo hasta una consistencia siruposa del extracto, (densi-
135 dad, p.e., 1,23 - 1,25) con consiguiente adición de alcohol
etílico, y por cierto, 8 a 10% alcohol etílico (al 70%) con
relación al volumen total de la solución acuosa del extrac-
to. Este extracto acuo-alcohólico con la consistencia de un
jugo siruposo espeso, puede designarse como "Extracto geli-
140 ficador".

Los medios de gelificación, o sea, generalmente
la preparación acuo-alcohólica del extracto gelificador sue-
len tener un valor de pH ligeramente ácido hasta neutral.
Preferido es el terreno de pH 4,5 hasta 6,5, particularmen-
145 te el alcance de pH 5 - 6, p.e., pH 5,5.

El medio gelificador, p.e. un preparado acuo-al-
cohólico del extractor gelificador- aproximadamente con un
contenido en materias sólidas desde 1 a 6 - se emplea más
generalmente en cantidades de 10 a 25%, preferentemente en
150 cantidades menores de unas 20 a 22,5 partes en peso referi-
das a la masa total compuesta por el medio gelificador y
la materia por gelificar. A veces, el contenido en alcohol
de este preparado podrá ser tan reducido que, prácticamen-
te es deleznable.

155 El Procedimiento de gelificación según el invento



160 puede recibir una valiosa ayuda mediante el empleo de un Catalizador. Para ello se prestan principalmente uniones orgánicas ácidas como, p.e., ácidos aromáticos y sus derivados, inclusive las sales, especialmente carboácidos derivados de la naftalina, ácidos nafténicos, sus sales alcalinas, alcalinoterrosas y de metales pesados, p.e. Co-Sales. Preferentemente los Catalizadores serán debilmente ácidos hasta neutros, especialmente en los confines de pH 5 - 6, p.e. 5,5.

165 La mezcla íntima de los componentes reaccionantes se hace preferiblemente con mecanismos altamente revolucio-
170 nados, con 2.500 hasta 8.000 rpm y bastando agitar brevemente, al principio, con el fin de conseguir un reparto uniforme, con un número bajo de revoluciones, p.e. entre 500 y 1.000 rpm., y efectuar luego la gelificación propiamente dicha, con unas 3.000 hasta 8.000 rpm., durante 1 minuto. La secuencia de las diferentes operaciones no tiene importancia crítica; a menudo se adiciona el catalizador al líquido por gelificar y solamente después se agrega el medio gelificador.
175

A continuación se describe en forma de ejemplo ilustrativo no limitativo, pues la ejecución podrá variar en detalles, según los ingredientes que se empleen en la operación, el resultado que, en cuanto a dureza se haya de conseguir, etc., etc., el Procedimiento de Gelificación según el invento.
180

Previamente se elaboró, como queda anteriormente descrito, un "Extracto Gelificador" (Maceramiento, Agitación revolviendo, Filtración, Espesamiento, etc.,etc., y empleando extractos de las clases y cuantías y propiedades, según
185 a continuación descritos y cuyas particularidades especiales se mencionan en su lugar:



190 1a) Extracto de frutos secos de la "Caesalpinia Co-
riaria W", al que se han substraído los ácidos tánicos (cur-
tientes) (25-40, preferiblemente 33%) del extracto total;

2a) Extracto de Corteza "Dioscorea alata" (6 - 10 pre-
feriblemente 8%) del extracto total;

195 3a) Extracto de frutos de "Enterolobium cyclocarpum"
al que se ha substraído el almidón (15 - 25, preferiblemen-
te 20%) del extracto total;

4a) Extracto de los frutos maduros "Sapindus sapona-
ria L." al que se ha substraído las resinas y gomo-resinas
(30 - 35, preferiblemente 30%) del peso total del extracto;

200 5a) Extracto de raíz de Xanthosoma sagitifolia" (5 -
15, preferiblemente 9%) del extracto total.

Los 3 componentes principales del Extracto total
son: Albuminoides, Gomas y Gomo-resinas sapogenéticas solubles

Con arreglo a lo anteriormente expuesto, se mezcla-
ron las partes siguientes:

205 a) 80% del líquido a gelificar (Hidrocarburo, etc.)

b) Catalizador en la cantidad de 1:150.000 partes del
líquido a gelificar, seguido de corta agitación para estable-
cer contacto con la totalidad de la masa;

c) 2,5% del Extracto gelificador disuelto en:

210 d) 17,5% de agua con un valor de pH regulado a 6,8 -
6,9-.

215 Tan pronto como se hayan reunido todos los compo-
nentes, se agita brevemente dos o tres veces con un número
de revoluciones no superior a 500 a 800 o 1.000 rpm para
que se verifique el contacto completo mutuo entre las masas.
Inmediatamente después se agita revolviendo durante un minu-
to con un número de revoluciones no inferior a las 2.500 -
8.000 rpm. Practicamente, la gelificación se verifica ya



220 después de transcurridos unos 5 segundos, sin embargo, la
agitación debe proseguir durante el minuto completo.

225 Una vez terminada la gelificación, se nos presenta un Gel con 1,5 a 2,5% de materias sólidas referida a una masa líquida que ha sido gelificada. En este Gel se halla el agua en una parte del 17,5 al 18%. Caso de que fuese conveniente, para determinados productos industriales o fines industriales, p.e., el almacenamiento del producto gelificado durante un tiempo no precisable, reducir la parte del agua o de materias sólidas, ello se puede conseguir mediante un centrifugado por el que, según duración y número de revoluciones, estas partes porcentuales podrán quedar reducidas, p.e., a 3% de agua y a 0,7 - 0,78% de partes sólidas, referidas al peso total del Gel.

235 Según se ha podido ver, es, por lo tanto, posible empleando el Procedimiento con arreglo del invento, la producción de Geles que, practicamente, contengan menos del 1% de materia sólida extraña.

240 Dentro del marco del invento, es además también posible devolver los Geles formados a su estado líquido en recuperación de igual substancia. Esta reacción puede variar ampliamente, según la substancia gelificada y la mayor o menor solubilidad de la substancia desgelificadora en la substancia gelificada, es decir, el líquido problema.

245 Resulta, así, fácil y sencillo destruir el Gel, p.e. por medio de una mezcla de Alcohol y Eter en la proporción de 3 a 2 (3 partes de alcohol etílico sobre 2 partes de eter dietílico) en una cuantía de, p.e. 10% en peso con relación al Gel. Generalmente se pueden emplear los conocidos demulgadores como "Demulso" o "Sterox S.K.;" "Polioxi-etilen-tio-eter" de la Tretolite Div. Petrolite Corp., así como varios
250 otros derivados que son conocidos bajo la denominación de



"Tret-O-Lite demulgadoras". También "Aquaness Ag 2.150 y 6.217" de la Atlas Power Co USA, pueden ser empleados. Igualmente se puede usar derivados de Demulgadoras conocidos bajo la denominación "Fyfe", preparados por la National Research and Chemical Co.

La descripción del siguiente ensayo muestra de modo sencillo la liquefacción del Gel:

La substancia gelificada se coloca en un embudo de decantación provisto de una mirilla vertical de vidrio para poder seguir la marcha de la operación. Este embudo está provisto de un agitador de dos velocidades: 400 rpm y 1.200 rpm. Con el motor en marcha, se añade poco a poco el desgelificador en proporciones que varían del 6 al 12,5 %, según las substancias. Se hace girar el agitador con la mínima velocidad y tan pronto como empieza la desgelificación, se va aumentando la velocidad durante un minuto al cabo de lo cual el proceso queda terminado con la obtención de dos, respectivamente, tres capas claramente distintas, o sea, a) la substancia-problema (si es menos densa que el agua); b) un anillo de materias sólidas del extracto vegetal y siempre que el medio gelificador tenga forma alcohólico-acuosa pero no la de una preparación con disolventes orgánicos, y c) el extracto acuoso e hidroalcohólico con parte de las substancias orgánicas solubles y coloreantes.

En c se destaca la substancia antes gelificada completamente clara y pura cuando la misma es más densa que el disolvente o el soporte del Extracto.

En todos los casos, las capas b) de las materias sólidas del Extracto y aquella del extracto vegetal acuoso



alcohólico, respectivamente del Extracto gelificador pueden mezclarse en caliente y ser hechas solubles con la regeneración del extracto gelificador, cerrando, así, el ciclo de extracción y de reacciones.

285 Descrita suficientemente en lo que precede, la naturaleza del presente Invento, así como el modo de llevarlo ventajosamente a la práctica, y demostrado que constituye un positivo adelanto técnico en los Procedimientos de Gelificación, tanto físicos como fisico-químicos, y que su adopción
290 ha de resultar beneficiosa para la Economía Nacional y la Industria en general, se solicita registro de Patente de Invencción por veinte años para España y Provincias de Ultramar, con arreglo a las siguientes:

R E I V I N D I C A C I O N E S
=====

295 1a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento para la elaboración de geles, especialmente de Combustibles líquidos, y su reversible licuación posterior, caracterizado por la mezcla íntima de hidrocarburos líquidos alifáticos y/o aromáticos, eventualmente substituidos, con cantidades, en su totalidad relativamente reducidas en comparación con aquellas de dichos hidrocarburos, de albuminoides
300 vegetales, saponinas y extractos viscosos de plantas gomoresinosas.

305 2a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizados porque los medios gelificadores se emplean en cantidades tales que permiten obtener Geles con un contenido en materias sólidas extrañas en menor cantidad del 1 % del peso total del Gel.



310 3a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento según reivindicación 1ª o 2ª, caracterizado porque la gelificación se obtiene por agitación de la masa a altas revoluciones, no inferiores a 3.000 rpm ni superiores a 8000 rpm.

315 4a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizándose porque la gelificación se verifica en presencia de un catalizador orgánico ácido.

320 5a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento para la elaboración de Geles, especialmente de combustibles líquidos, y su reversible licuación posterior, según las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizados porque el medio gelificador se emplea en forma de un preparado acuo-alcohólico o hidro-alcohólico, de concentración no superior al 12% en alcohol etílico de 70º

325 6a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizados porque la preparación del medio gelificador acuo-alcohólico se hace en cantidades de unos 20 a 22,5 partes o menores con relación al peso total del Gel.

330 7a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento para la recuperación de la substancia gelificada en forma líquida del Gel producido según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada porque al Gel se le añaden materias demulgadoras o desgelificadoras, de por sí conocidas ya.

335 8a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento según la reivindicación 7ª, caracterizados porque el Gel se mezcla íntimamente con la materia demulgadora-desgelificadora.



340 9a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento según la reivindicación 8a, caracterizados porque la substancia nuevamente licuada queda separada de las capas conteniendo materias gelificantes.

345 10a) Perfeccionamientos introducidos en el Procedimiento para la elaboración de Geles, especialmente de combustibles líquidos y su reversible licuación posterior caracterizados porque también pueden ser gelificados los gases licuables como Butano, Propano, sus mezclas y/u otros, aun cuando su fase líquida haya de ser mantenida a presiones altas y bajas temperaturas, siempre y cuando la gelificación -el proceso físico en sí- se haga en las mismas condiciones en que los gases fueron licuados.

350

La presente solicitud de Patente de Invención debe recaer sobre:

355 11a) "PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN EL PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE GELES, ESPECIALMENTE DE COMBUSTIBLES LIQUIDOS, Y SU REVERSIBLE LICUACION POSTERIOR".

Todo ello según queda sustancialmente descrito en la presente Memoria y Reivindicaciones, y representado en los adjuntos dibujos para los fines especificados.

Madrid, 3 ENE. 1960