

144566

PATENTE DE INVENCION

que por 20 años, para España y sus posesiones, se solicita a favor de la Casa RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad alemana, domiciliada en Oberhausen-Holtén (Alemania) por : "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACEITES LUBRIFICANTES".

Memoria Descriptiva

Es sabido que las mezclas de hidrocarburos que contienen hidrocarburos no saturados se condensan o polimerizan por la acción de medios condensadores usuales, por ejemplo de cloruro de aluminio, en otros hidrocarburos viscosos de elevado peso molecular. Para elevar el contenido en hidrocarburos no saturados, se ha propuesto ya también someter a un cracking o deshidrogenación las mezclas de hidrocarburos que sirven de materiales de partida para la obtención sintética de aceites lubricantes.

5

Nuestras investigaciones han demostrado que no sólo es importante, o conviene en primer lugar, el emplear, como material de partida para la síntesis de aceites lubricantes,

10



una bencina lo más rica posible en olefinas, sino que se ha demostrado que una bencina adecuada para dicha síntesis debe, con diferencias de, cuando más, 1% en más o menos, corresponder a una curva perfectamente determinada de densidad, esto es, cuando una bencina adecuada divide en fracciones con punto de ebullición de 10° en 10°, y cuando de las diversas fracciones de bencina, que comprenden un campo de ebullición de 10°, se determina el peso específico, los valores de densidad obtenidos deben, dentro de un límite de error de 1% en más o menos, corresponder a una curva determinada por los siguientes valores numéricos, transportando las temperaturas medias de ebullición de las fracciones parciales como abscisas y los correspondientes pesos específicos como ordenadas.

| Fracción. | Temperatura media ebullición. | Densidad. x 1% | -1% |
|------------|-------------------------------|----------------|--------|
| 45 - 55° | 50° | 0,6510 | 0,6575 |
| 55 - 65° | 60° | 0,6635 | 0,6701 |
| 65 - 75° | 70° | 0,6755 | 0,6823 |
| 75 - 85° | 80° | 0,6860 | 0,6929 |
| 85 - 95° | 90° | 0,6960 | 0,7030 |
| 95 - 105° | 100° | 0,7055 | 0,7126 |
| 105 - 115° | 110° | 0,7120 | 0,7191 |
| 115 - 125° | 120° | 0,7180 | 0,7252 |
| 125 - 135° | 130° | 0,7225 | 0,7297 |
| 135 - 145° | 140° | 0,7275 | 0,7348 |
| 145 - 155° | 150° | 0,7315 | 0,7388 |
| 155 - 165° | 160° | 0,7360 | 0,7434 |
| 165 - 175° | 170° | 0,7400 | 0,7474 |
| 175 - 185° | 180° | 0,7430 | 0,7504 |
| 185 - 195° | 190° | 0,7465 | 0,7540 |
| 195 - 205° | 200° | 0,7500 | 0,7575 |
| 205 - 215° | 210° | 0,7530 | 0,7605 |
| 215 - 225° | 220° | 0,7555 | 0,7631 |

Las mezclas de hidrocarburos, que contenían hidrocarburos no saturados y que no correspondían a las condiciones arriba señaladas, se comportaron como menos convenientes para la síntesis de aceites lubricantes. Tales bencinas dieron, por un lado, sólo rendimientos pequeños en aceites lubricantes, y, por otro, los aceites lubricantes obtenidos presentaban un índice polar de viscosidad no satisfactoria, esto es, se obtenían aceites lubricantes, cuya viscosidad dependía extraor-



55 dinariamente de la temperatura. Mientras que empleando bencinas de curvas de densidad no correspondientes se obtuvieron rendimientos de 3 a 28% de aceites lubricantes y aceites con un índice polar de viscosidad de 2,12 hasta más de 4, las bencinas de correspondiente curva de densidad suministraron rendimientos de 42 á 62% en aceite lubricante, siempre referidos a la cantidad de bencina introducida, y los aceites lubricantes obtenidos poseían un índice polar de viscosidad de 1,82, a 1,95.

60 Explicaremos el invento valiéndonos de los adjuntos dibujos y de los siguientes ejemplos, de los que los ejemplos 1 y 2 demuestran el comportamiento de una bencina correspondiente a la curva de densidad, y los ejemplos 3 a 6 el comportamiento de las bencinas no correspondientes a dicha curva de densidad, en la síntesis de los aceites lubricantes. En la hoja de curvas (Figura 1) la curva A representa la curva de densidad correspondiente a los requisitos reivindicados, y las curvas B y C los valores límites de las diferencias superiores e inferiores permisibles de los coeficientes de densidad. Las otras curvas 1-VI corresponden a los valores de densidad de las bencinas empleadas en los ejemplos 1 á 6 como material de partida.

70 En la figura 2 los rendimientos medios obtenidos en los ejemplos 1-6 en aceite lubricante están transportado en forma perspectiva y permiten apreciar claramente la superioridad del método según el invento.

80 En la figura 3 se transportan, también en perspectiva, los índices polares de viscosidad de los aceites lubricantes obtenidos en los diversos ejemplos, y se señala, al mismo tiempo, el límite superior del índice polar de viscosidad conveniente para un buen aceite lubricante. Las columnas pertenecientes a los ejemplos 3 a 6 sobresalen de este límite superior del índice polar de viscosidad, a consecuencia de la in-

85



ferior calidad de los aceites lubricantes obtenidos en estos ejemplos.

EJEMPLO I.

90

Como material de partida sirvió una bencina de cracking obtenida de las fracciones hirvientes por encima de 150° de una mezcla de hidrocarburos obtenida por reacción del óxido de carbono con hidrógeno, y presentó la siguiente curva de densidad:

| 95 | Temperatura media de ebullición. | Densidad. |
|-----|----------------------------------|-----------|
| | 60° | 0,656 |
| | 70° | 0,671 |
| | 80° | 0,681 |
| 100 | 90° | 0,692 |
| | 100° | 0,700 |
| | 110° | 0,708 |
| | 120° | 0,715 |
| | 130° | 0,720 |
| 105 | 140° | 0,724 |
| | 150° | 0,728 |
| | 160° | 0,730 |
| | 170° | 0,734 |
| | 180° | 0,738 |
| 110 | 190° | 0,741 |
| | 200° | 0,744 |
| | 210° | 0,746 |

115

En una caldera de presión se agitan, durante 24 horas a 20°, 50 g. de cloruro de aluminio anhidro con 1.000 g. de bencina de cracking desecada de la naturaleza antes indicada. La mezcla de reacción se compone de dos capas, a saber: de la llamada "capa superior", que contiene disuelto el aceite lubricante, y de una capa inferior, la llamada "capa de contacto" que se compone de combinaciones dobles de cloruro de aluminio con porciones de bencina de cracking. La capa superior se obtuvo en una cantidad de 766 g., y, lavándola con lejía de sosa cáustica, ácido sulfúrico y agua, se privó de las porciones residuales del contacto y se neutralizó. Después de la desecación, se separa, por destilación hasta un punto de ebullición de 200°, la bencina de cracking no transformada. El residuo de destilación se destila inmediatamente al vacío hasta 200° con una presión absoluta de 5 mm Hg., que

120

125



dando, como residuo de destilación, el aceite lubricante.

130 De éste se obtuvieron 407 g. con un peso específico de 0,859 á 20° y una viscosidad de 17,3^{ºE} á 50°. El coeficiente polar de viscosidad fué de 1,9 y el punto de congelación se hallaba a -23°.

135 La "capa de contacto", obtenida en cantidad de 283 g., se hizo reaccionar en igual forma en la caldera de agitador a 55° con 1000 g. de nueva bencina de cracking de igual naturaleza. La capa superior fué de 803 g. y contenía 450 g. de aceite lubricante. La capa de contacto, que aumentó a 480 g., se hizo reaccionar de nuevo a 95°, en la caldera de presión, con 1.000 g. de nueva bencina de cracking. Otras reacciones
140 de igual clase se efectuaron a 110°, 130° y 150°. Los diversos datos de los ensayos pueden verse en el siguiente cuadro:

| Transformación. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Temperatura. | 20° | 55° | 95° | 110° | 130° | 150° |
| Cantidad de bencina de cracking. | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 |
| Capa de contacto antes transformación. | 50g AlCl ₃) | 283g | 480g | 510g | 470g | 520g |
| Capa de contacto después transformación | 283g | 480g | 510g | 470g | 520g | 550g |
| 150 Capa superior | 766g | 803g | 968g | 1040g | 945g | 969g |
| Cantidad aceite lubricante en g. | 417g | 450g | 550g | 610g | 480g. | 520g |
| 155 Idem en tantos por ciento, referido a la cantidad de bencina introducida. | 41,7% | 45% | 55% | 61% | 48% | 52% |
| Densidad a 20° | 0,859 | 0,856 | 0,865 | 0,868 | 0,866 | 0,865 |
| Viscosidad en ^{ºE} a 50° | 17,3° | 16° | 19,1° | 18° | 19,6° | 18,6° |
| 160 Coeficiente polar viscosidad. | 1,9 | 1,82 | 1,88 | 1,95 | 1,88 | 1,92 |

EJEMPLO 2

Una bencina de disociación, obtenida también por cracking de las fracciones hirvientes por encima de 150° de una mez-

165 cla de hidrocarburos obtenida por reacción de óxido de carbono con hidrógeno, presentó la siguiente curva de densidades:

| | Temperatura media de ebullición. | Densidad. |
|--|----------------------------------|-----------|
|--|----------------------------------|-----------|

| | | |
|-----|------|-------|
| | 50º | 0,652 |
| | 60º | 0,668 |
| 170 | 70º | 0,679 |
| | 80º | 0,690 |
| | 90º | 0,701 |
| | 100º | 0,710 |
| | 110º | 0,716 |
| 175 | 120º | 0,721 |
| | 130º | 0,726 |
| | 140º | 0,731 |
| | 150º | 0,735 |
| | 160º | 0,739 |

180 15 kg de la anterior bencina de cracking se agitaron en una caldera de presión de 50 litros de cabida, durante 4 horas, a 20º, e, inmediatamente, durante 8 horas a 50º, con 200 r. de nuevo cloruro de aluminio y 11.150 g. de una capa de contacto procedente de las anteriores reacciones de condensación y que contenian combinaciones dobles de cloruro de aluminio

185 y la cual se habia formado de 30 reacciones individuales efectuadas. La capa superior, que se forma después de codimentar, fué de 14.800 g., la cual se separó y neutralizó. Por destilación a presión ordinaria y por destilación inmediata al vacío,

190 se obtuvieron 9.060 g. de aceites lubricantes como residuo de la destilación, correspondiendo a un rendimiento de 60,4% referido a la cantidad de bencina de cracking introducida. La capa de contacto, existente después de la reacción en una cantidad de 11.550 g., volviose a hacer reaccionar

195 con 15 Kg de nueva bencina de cracking de igual calidad, después de agregar 200 g. de cloruro de aluminio, en las mismas condiciones de temperatura y tiempo. Pueden seguirse el número que se quiera de reacciones con nuevas cantidades de bencina de cracking, volviendo a emplear la capa de contacto cada vez obtenida. En el siguiente cuadro se reunen los datos experimentales de cinco de estas transformaciones.

200



| Transformación | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | |
|---|---|---------|---------|---------|---------|----------|
| Condiciones de reacción: cada vez 4 horas a 20°, 8 horas a 50°. | | | | | | |
| 205 | Cantidad de bencina de cracking. | 15.000 | 15.000 | 15.000 | 15.000 | 15.000 |
| | Adición de nuevo AlCl ₃ | 200g. | 200g | 200g | 200g | 200g. |
| | Capa de contacto antes transformación | 11.150g | 11.750g | 12.450g | 12.800g | 12.600g. |
| 210 | Capa de contacto después transformación | 11.550g | 12.250g | 12.600g | 12.400g | 13.050g. |
| | Capa superior | 14.800g | 14.500g | 14.850g | 15.400g | 14.550g. |
| | Cantidad aceite lubricante en g. | 9.060g | 8.760g | 8.700g | 9.240g | 8.720g. |
| 215 | Idem en %, referida a cantidad bencina introducida. | 60,4% | 58,4% | 58% | 61,6% | 58,1% |
| | Densidad a 20° | 0,860 | 0,859 | 0,860 | 0,858 | 0,850 |
| 220 | Viscosidad en °E a 50° | 13,38° | 14,79° | 17,42° | 13,88° | 12,2° |
| | Coefficiente polar viscosidad. | 1.9 | 1,88 | 1,92 | 1,9 | 1,88 |

EJEMPLO 3

225 Sirvió de bencina de partida, u a bencina de cracking preparada según el método TVP de hidrocarburos de más alto punto de ebullición, obtenidos en la síntesis Fischer-Tropsch, que presentaba las siguientes densidades:

| | Temperatura media ebullición | Densidad. |
|-----|------------------------------|-----------|
| 230 | 50° | 0,663 |
| | 60° | 0,678 |
| | 70° | 0,690 |
| | 80° | 0,706 |
| | 90° | 0,718 |
| 235 | 100° | 0,728 |
| | 110° | 0,736 |
| | 120° | 0,740 |
| | 130° | 0,743 |
| | 140° | 0,747 |
| 240 | 150° | 0,752 |
| | 160° | 0,759 |

De igual forma que en el ejemplo 1, se realizaron con esta bencina de cracking tres transformaciones sucesivas a 20,



245 40 y 70°. El tiempo de reacción fué, en cada caso, de 24 horas. Sólo se obtuvieron pequeños rendimientos en aceites lubricantes, y estos aceites fueron de mayor coeficiente polar de viscosidad. Los datos de los ensayos pueden verse en el siguiente cuadro:

| | Transformación. | 1 | 2 | 3 |
|-----|--|--------------------------|-------|-------|
| 250 | Cantidad de bencina de cracking | 1000 | 1000 | 1000 |
| | Capa de contacto antes transformación. | (50g AlCl ₃) | 220g | 249g |
| 255 | Idem después transformación. | 220g | 249g. | 295g. |
| | Capa superior. | 225g | 970g | 950g |
| | Cantidad de aceite lubricante, en g. | 223g | 171g | 232g |
| 260 | Idem en %, referida a la cantidad bencina introducida. | 22,3% | 17,1% | 23,2% |
| | Densidad a 20° | 0,882 | 0,895 | 0,892 |
| | Viscosidad en °E a 50° | 49° | 56° | 22° |
| 265 | Coficiente polar viscosidad. | 3,03 | 3,25 | 3,12 |

EJEMPLO 4

Una bencina de cracking obtenida también por el método TVP de los hidrocarburos de más alto punto de ebullición, de la síntesis Fischer-Tropsch, presentaba las siguientes densidades.

| | Temperatura media ebullición. | Densidad. |
|-----|-------------------------------|-----------|
| | 50° | 0,656 |
| | 60° | 0,672 |
| 275 | 70° | 0,684 |
| | 80° | 0,697 |
| | 90° | 0,711 |
| | 100° | 0,720 |
| | 110° | 0,730 |
| 280 | 120° | 0,736 |
| | 130° | 0,741 |
| | 140° | 0,745 |
| | 150° | 0,749 |
| 285 | 160° | 0,755 |
| | 170° | 0,760 |
| | 180° | 0,765 |
| | 190° | 0,770 |



De igual forma que en el ejemplo 1, se realizaron con esta bencina de cracking transformaciones a 20, 40 y 70°, en las que también se obtuvieron con rendimiento nada satisfactorio aceites lubricantes de coeficientes polar de viscosidad también demasiado elevado. El siguiente cuadro contiene los diversos datos de los ensayos.

| Transformación. | 1 | 2 | 3 |
|--|--------------------------|--------|--------|
| 295 Cantidad de bencina de cracking. | 1000g. | 1000g. | 1000g. |
| Capa contacto antes transformación. | (50g AlCl ₃) | 179g. | 198g. |
| 300 Idem después transformación. | 179g. | 198g. | 245g. |
| Capa superior. | 875g. | 980g. | 951g. |
| Cantidad aceite lubricante, en g. | 280g. | 186g. | 229g. |
| 305 Idem en %, referida a la cantidad bencina introducida. | 28% | 18,6% | 22,9% |
| Densidad a 20° | 0,864 | 0,906 | 0,907 |
| Viscosidad en η_E a 50° | 34° | 172° | 51° |
| 310 Coeficiente polar viscosidad. | 2,12 | 3,7 | 3,25 |

EJEMPLO 5

Se empleó una bencina de cracking obtenida de los hidrocarburos sintéticos del método Fischer-Tropsch, con las siguientes densidades:

| | Temperatura media ebullición. | Densidad. |
|-----|-------------------------------|-----------|
| 315 | 60° | 0,668 |
| | 70° | 0,677 |
| | 80° | 0,694 |
| 320 | 90° | 0,706 |
| | 100° | 0,717 |
| | 110° | 0,727 |
| | 120° | 0,737 |
| | 130° | 0,747 |
| 325 | 140° | 0,756 |
| | 150° | 0,764 |
| | 160° | 0,773 |
| | 170° | 0,780 |



330 que se hizo reaccionar, de igual forma que en el ejemplo 1, a 20, 55 y 95°, y que proporcionó aceites lubricantes, con rendimientos pequeñísimos, con un coeficiente polar de viscosidad de 2,45 hasta más de 4. Los diversos datos de los ensayos se hallan reunidos en el siguiente cuadro:

| Transformación. | 1 | 2 | 3 |
|--|--------------------------|--------|--------------|
| 335 Cantidad de bencina de cracking. | 1000g. | 1000g. | 1000g. |
| Capa contacto antes transformación. | (50g AlCl ₃) | 160g. | 90g. |
| 335 Idem después transformación. | 160g. | 90g. | 90g. |
| Capa superior | 888g. | 1069g. | 1000g. |
| Cantidad aceite lubricante, en g. | 77g. | 53g. | 37g. |
| 340 Idem en %, referida a la cantidad bencina introducida. | 7,7% | 5,3% | 3,7% |
| Densidad a 20° | 0,889 | 0,931 | 0,9486 |
| Viscosidad en η_E a 50° | 17,5° | 77,6° | 39° |
| 345 Coeficiente polar viscosidad. | 3,6 | 2,45 | superior a 4 |

EJEMPLO 6

De igual forma que en el ejemplo 1, se realizaron, sucesivamente a 20°, 50 y 80°, transformaciones con una bencina de las siguientes densidades:

| | Temperatura media ebullición. | Densidad. |
|-----|-------------------------------|-----------|
| 350 | 50° | 0,647 |
| | 60° | 0,657 |
| | 70° | 0,667 |
| 355 | 80° | 0,675 |
| | 90° | 0,684 |
| | 100° | 0,690 |
| | 110° | 0,697 |
| | 120° | 0,704 |
| 360 | 130° | 0,711 |
| | 140° | 0,717 |
| | 150° | 0,721 |
| | 160° | 0,726 |
| | 170° | 0,730 |
| 365 | 180° | 0,733 |

En el producto de partida, se trataba de una mezcla de hi-



370 hidrocarburos con los límites de ebullición de 150°-180° obtenida primariamente en la síntesis Fischer-Tropsch. El rendimiento en aceites lubricantes fué pequeño, y los aceites obtenidos poseían un coeficiente polar de viscosidad de 2,5 en números redondos. Los diversos datos de los ensayos se encuentran reunidos en el siguiente cuadro:

| Transformación. | 1 | 2 | 3 |
|--|--------------------------|--------|--------|
| 375 Cantidad de bencina de cracking. | 1000g. | 1000g. | 1000g. |
| Capa contacto antes transformación. | (50g AlCl ₃) | 140g. | 210g. |
| Idem después transformación. | 140g. | 210g. | 230g. |
| 380 Capa superior. | 910g. | 930g. | 980g. |
| Cantidad aceite lubricante, en g. | 100g. | 75g. | 130g. |
| 385 Idem en %, referida a la cantidad bencina introducida. | 10% | 7,5% | 13% |
| Densidad a 20° | 0,846 | 0,844 | 0,846 |
| Viscosidad en °E a 50° | 12,7° | 12,8° | 5,4° |
| Coeficiente polar viscosidad. | 2,32 | 2,5 | 244 |

REIVINDICACIONES

Se reivindica :

400 1). La propiedad y explotación exclusiva de un procedimiento para la obtención de aceites lubricantes, por condensación de mezclas de hidrocarburos conteniendo hidrocarburos no saturados, empleando medios de condensación conocidos, por ejemplo cloruro de aluminio, caracterizado por que, como materiales de partida, se emplean bencinas cuyas diversas fracciones presentan densidades sucesivas con una diferencia de 1%, en más o menos:

| 405 | Temperatura media ebullición. | Densidad. |
|-----|-------------------------------|-----------|
| | 50° | 0,6510 |
| | 60° | 0,6635 |
| | 70° | 0,6755 |



410

Temperatura media
ebullición

Densidad.

| | |
|------|--------|
| 80º | 0,6860 |
| 90º | 0,6960 |
| 100º | 0,7055 |
| 110º | 0,7120 |
| 120º | 0,7180 |
| 130º | 0,7225 |
| 140º | 0,7275 |
| 150º | 0,7315 |
| 160º | 0,7360 |
| 170º | 0,7400 |
| 180º | 0,7430 |
| 190º | 0,7465 |
| 200º | 0,7500 |
| 210º | 0,7530 |
| 220º | 0,7555 |

420

425

430

2). Un procedimiento según la reivindicación anterior ca-
racterizado por ser esencialmente :

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACEITES LUBRI-
FICANTES". - - - - -

435

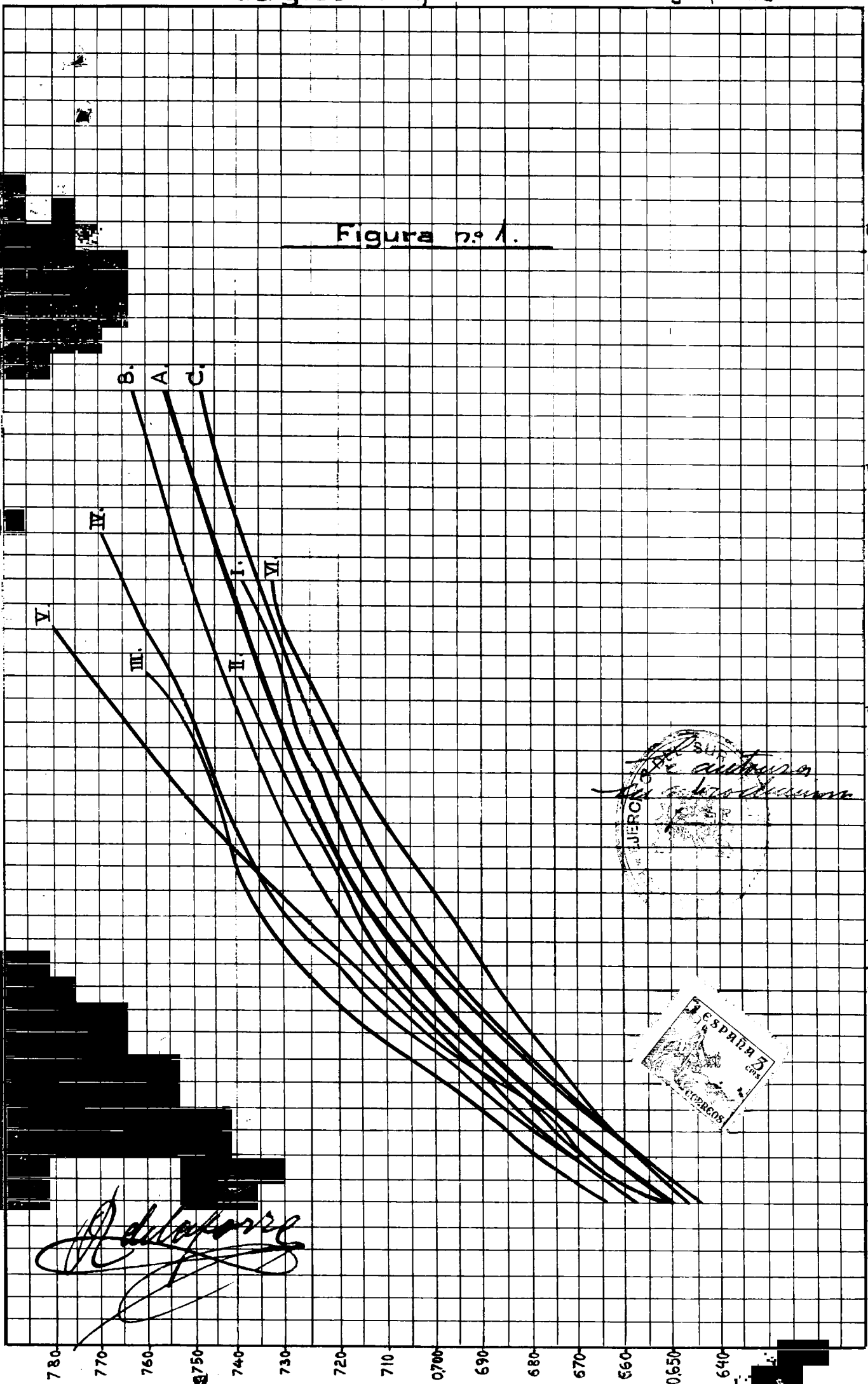
Consta la presente Memoria descriptiva de doce
hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

SEVILLA, 27 de Diciembre de 1.937. IIº A.T.

RODOLFO DE LA TORRE
P. P.



Figura n.º 1.



[Handwritten signature]

[Handwritten signature]
MERCADO



250°C.
200°C.
150°C.
100°C.
50°C.

Figura n:2

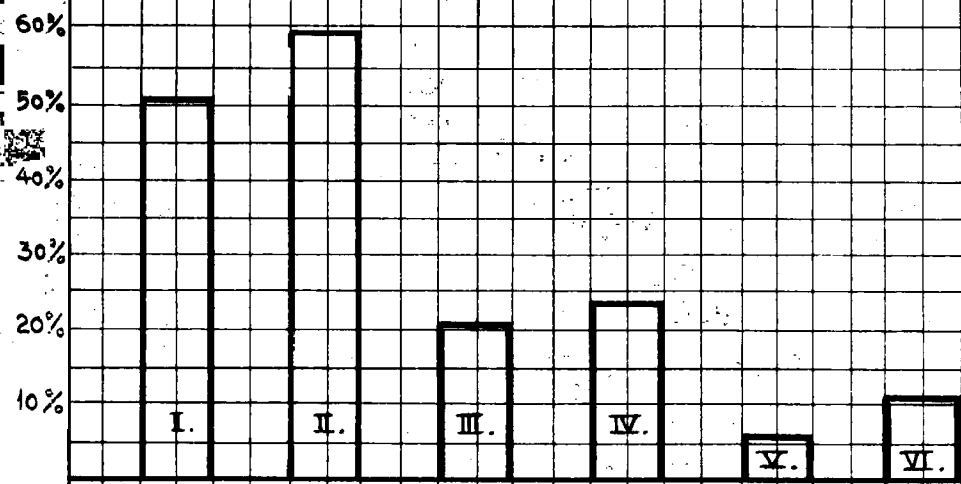
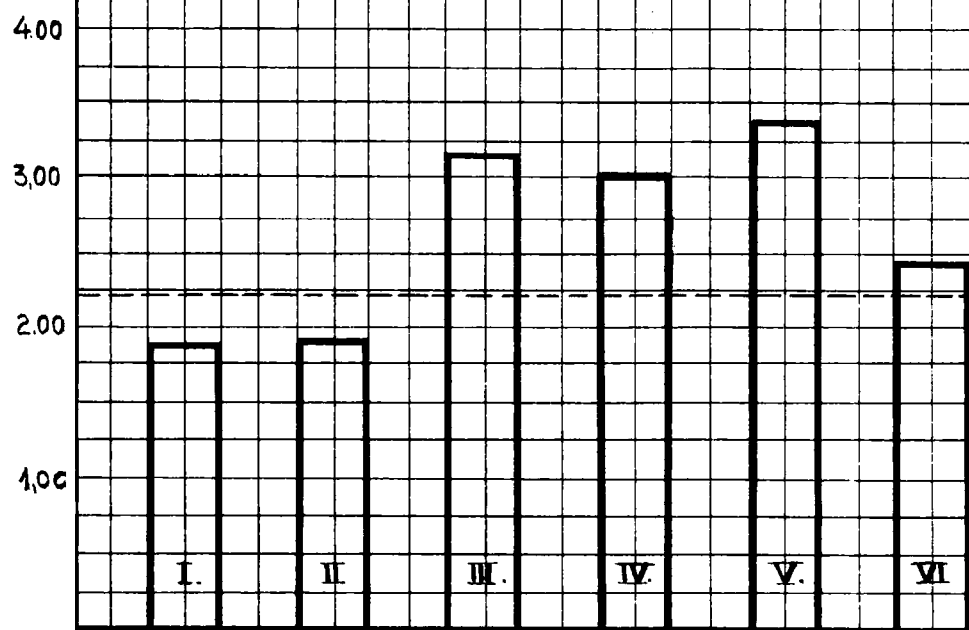


Figura n:3.



[Handwritten signature]

