

PATENTE DE INVENCION

que por 20 años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de la Casa STUDIEN-UN VERFERTUNGSGESELLSCHAFT, M, B, H., de nacionalidad alemana, domiciliada en Mülheim-Ruhr (Alemania) por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PARAFINA". - - - - -

Memoria descriptiva

El objeto de la presente solicitud es un procedimiento para obtener preferentemente parafina sólida a la temperatura del local, partiendo de gases que contienen óxido de carbono e hidrógeno, el cual se caracteriza por que los gases de partida, que contienen dicho óxido de carbono e hidrógeno, se hacen pasar, a presiones varias veces superiores a la atmosférica y a temperaturas inferiores a 250°, sobre catalizadores de cobalto dispuestos fijos y que, a la temperatura del local, están impregnados de parafina sólida, sin que esta parafina rellene los intersticios existentes entre las diversas partículas catalíticas, y disponiendo, además, el catalizador de manera que la parafina formada pueda desprenderse de él constantemente a gotas.

5

10

15 — Se sabe, en general, que en la síntesis de la bencina
realizada a presión atmosférica según la patente alemana
484.337, empleando catalizadores muy activos, que contie-
nen metales del grupo octavo del sistema periódico, y par-
tiendo de gases que contienen óxido de carbono e hidrógeno,
se forman hidrocarburos alifáticos de los más diversos
20 puntos de ebullición, entre ellos también parafinas sólidas.
Según las condiciones del ensayo, la cantidad de para-
fina oscila entre 4 y 10, y, por tanto, cuantitativamen-
te queda bastante por debajo de los otros productos de
reacción. La mayor parte de estos productos abandonan la
25 cámara de reacción en forma de vapor o de gas. Las canti-
dades, relativamente pequeñas, de parafinas que quedan en
el catalizador se eliminan de éste por extracción u otras
medidas conocidas, después de terminado un periodo de en-
sayo, esto es, después de varias semanas o meses.

30 Se conocen además, reacciones catalíticas del óxido de
carbono y del hidrógeno bajo presión, y precisamente son ca-
talizadores de hierro. Estas reacciones se realizan tanto
en tubos verticales de reacción como en tubos colocados
horizontalmente en el producto saliente de la reacción
35 no se ha observado ninguna producción preferente de para-
fina. Los catalizadores de hierro, empleados en el indica-
do método, no se prestan para la producción continua de can-
tidades de parafina industrialmente importantes.

40 Se han hecho también reaccionar ya el óxido de carbono
y el hidrógeno con catalizadores de cobalto a presión ele-
vada, por ejemplo de 5 y 8 atmósferas. Al llevar a cabo es-
tos ensayos se ha pensado ciertamente en la posibilidad de
producir parafina, pero sin que en las condiciones emplea-
das de reacción se obtuviese preferentemente parafina, si-
45 no que más bien se han obtenido productos de reacción co-
mo hidrocarburos líquidos y gasiformes. Como ya el princi-

pio se ha advertido, para provocar la formación perseguida de parafinas se requiere que el catalizador esté de tal manera impregnado de parafina que los intersticios existentes entre las diversas partículas catalíticas no se rellenen de parafina, y, en esto, puede partirse de antemano de un catalizador impregnado, o realizar la impregnación del mismo durante el decurso de la síntesis. En el último caso, el periodo de arranque o inicial dura varios días, y durante este periodo el catalizador se convierte en un estado en el que favorece de manera especial la formación de parafina sólida. En la transformación, ya antes propuesta, de gases que contienen óxido de carbono e hidrógeno con catalizadores de cobalto bajo presión, los ensayos a presión se interrumpieron siempre después de algunas horas, a lo más después de una noche, y los catalizadores se sometieron luego a una oxidación con aire. Este trabajo alternativo con la mezcla de hidrógeno y óxido de carbono, por un lado, y con aire, por otro, hacia imposible que el catalizador se impregnase de parafina y, por tanto, que ésta se obtuviese. A esto se añade que, en el indicado método, por efecto de la circunstancia de que los productos de reacción sólo podían escapar lateralmente del tubo de reacción dispuesto horizontalmente, los aparatos no resultaban muy adecuados para ajustar el procedimiento según el invento, pues para el método reivindicado es esencial que la parafina originada en la reacción pueda desprenderse del catalizador, con objeto de que éste, en el poso de parafina que se forma en el decurso del proceso, no quede hurtado a los gases reaccionantes.

En otros ensayos sobre el tratamiento catalítico de mezclas de hidrógeno y óxido de carbono a presión elevada con catalizadores de cobalto, el catalizador se sus-

80 pendia en aceite. Aquí dicho catalizador se encontraba en
un estado con el que no se observó ninguna formación pre-
ferente de parafina. Por lo demás, los catalizadores de
cobalto en la suspensión de aceite pierden también en bre-
ve tiempo su actividad para la formación de los otros hi-
85 drocarburos. Por lo tanto, este método no se presta para
la síntesis industrial de parafina.

El procedimiento de la presente solicitud puede reali-
zarse haciendo pasar sobre catalizadores de cobalto una
mezcla de hidrógeno y óxido de carbono en la relación de
90 1:2 a temperaturas inferiores a 250° y a presiones supe-
riores a 2 atmósferas, por ejemplo de 4 o lo ó de 20 at-
mósferas y más. Para la buena evacuación de calor de reac-
ción y para el mantenimiento de la temperatura, hay que
cuidar de aplicar las medidas conocidas. Es esencial el
95 que la parafina que se forma en el catalizador puede salir
de ésta, con objeto de que, por un lado, no se someta a
ninguna ulterior alteración y, por otro, para que el cata-
lizador no quede hurtado a los gases reaccionantes en el
poso de parafina que se forma. Para obtener la parafina
100 sólida conseguida, se requiere, además, como ya antes se
ha advertido, que el catalizador se impregne de antemano
con parafina o que se le impregne, con la misma, durante
un periodo inicial de varios días, con lo cual las di-
versas partículas del catalizador no experimentan altera-
105 ción alguna ni en su estructura exterior ni en su posi-
ción reciproca. Con presiones superiores a 100 atmósferas,
tiene lugar una debil volatilización del cobalto en forma
de carbonillo. Pero aún con estas presiones es posible la
formación de parafina.

110 En lugar de una mezcla gaseosa conteniendo al óxido de
carbono e hidrógeno en la relación de 1:2, pueden también

emplearse gases con otra relación entre el óxido de carbono y el hidrógeno y aún también gases diluidos por otros elementos.

115 Como catalizadores, pueden emplearse, entre otros, todos los catalizadores de cobalto o mixtos de cobalto, utilizables en la síntesis de la bencina. Para facilitar la evacuación de la parafina, se dispondrá preferentemente el catalizador en cámaras verticales de reacción, y los productos de ésta se extraerán del fondo del recipiente. No son, sin embargo, una condición indispensable las cámaras verticales de reacción, sino que ésta puede también, por ejemplo, realizarse en cámaras colocadas oblicuamente o el catalizador puede disponerse sobre chapas horizontales perforadas sobre tamices o similares.

120 Si se trabaja con una presión de unas 5 a 20 atmósferas, entonces el catalizador, a diferencia de todas las síntesis hasta ahora conocidas con óxido de carbono e hidrógeno, conserva casi ilimitadamente su actividad.

130 Ejemplo de ejecución.

Ejemplo 1.- Sobre un catalizador de tierra de infusorios y de torio y cobalto, obtenido por precipitación, granulado y reducido, que contiene 4 g. de cobalto, colocado sobre una tela metálica y situado en un tubo de presión, vertical y abierto por abajo, se hacen pasar a una temperatura de 190° y a una presión de 4 atmósferas, cuatro litros de gas por hora (referidos a la presión atmosférica) que contienen 30% de óxido de carbono y 60% de hidrógeno. La contracción de los gases originada por efecto de la reacción es de 75%. El resto se compone, en su mayor parte, de óxido de carbono e hidrógeno inalterado y de nitrógeno e hidrocarburos gasiformes. El rendimiento de la parafina sólida, a la temperatura del local, que abandona al ca-

- talizador, es, a partir del día segundo, de 90 a 100 g. por cada metro cúbico de mezcla gaseosa introducida. Aproximadamente el 1% de esta parafina es insoluble en éter hirviendo, y posee un punto de fusión de 110 a 114°C. La porción del tubo saliente de la zona de reacción hasta el depósito colector debe mantenerse a una temperatura superior a la del punto de fusión de la parafina, con objeto de evitar que ésta se acumule en el catalizador. En los gases de la reacción se contienen todavía unas 20 g. de bencina. La actividad del catalizador permanece la misma durante muchos meses.
- 145
- 150
- 155 Ejemplo 2.- Sobre el catalizador indicado en el ejemplo 1, se trabaja, en los mismos aparatos a igual temperatura y con igual cantidad de gases hidrógeno y óxido de carbono, a 10 atmósferas. Con una concentración de 76%, en números redondos, por cada metro cúbico de gas se obtienen, a partir del tercer día, de 100 a 110 g. de parafina sólida a la temperatura del local, siendo el 13% de este producto insoluble en éter hirviendo, y poseyendo un punto de fusión de 110-114°. En los gases de escape de la reacción se contienen todavía unos 20g. de bencina. La actividad del catalizador permanece inalterada durante meses enteros.
- 160
- .165
- 170 Ejemplo 3.- Sobre el catalizador indicado en el ejemplo 1, en el mismo aparato a igual temperatura y con igual cantidad de gases hidrógeno y óxido de carbono, se trabaja a 20 atmósfera. Con una concentración de 75-80%, se obtienen, por cada metro cúbico de gas, 120 g, en números redondos, de parafina sólida a la temperatura del local. La cantidad total de la parafina bruta (en números redondos 120g.), obtenida, por metro cúbico, desde el cuarto
- 175 día, sólo funde completamente por encima de 100°C, es de

180 color blanco puro y casi inodora. El 22% de esta parafina
es insoluble en eter hirviendo, y posee un punto de fu-
sion de 110-114°C. en los gases de escape de la reaccion
se contienen todavia unos 20 g. de bencina. La actividad
del catalizador se conserva durante meses enteros. Si, des-
pues de un largo servicio, se extrae el catalizador, se
185 encuentra que contiene parafina de punto de fusion toda-
via mas elevado que las que se acaban de describir (y en
general hasta ahora conocidas), a saber de 130° y supe-
riores.

REIVINDICACIONES

Se reivindica:

- 190 1). La propiedad y explotacion exclusiva de un procedi-
miento para la obtencion de parafina, preferentemente só-
lida a la temperatura del local, por sintesis catalitica
de gases que contienen óxido de carbono e hidrógeno, ca-
racterizado por que los gases de partida, que contienen
195 óxido de carbono e hidrógeno, se conducen, a presiones
varias veces superiores a la atmosférica y a temperaturas
inferiores a 250°, sobre catalizadores sólidos de cobak-
to, que están impregnados de parafina sólida a la tem-
peratura del local, sin que dicha parafina rellene los
intersticios existentes entre las partículas del catali-
zador, y por que, además, éste se dispone de manera que
200 la parafina formada pueda salir de él constantemente a
gotas.
- 205 2). Un procedimiento según lo reivindicado en el punto
1, caracterizado por que las parafinas, que se acumulan
en los catalizadores, de punto de fusion bastante eleva-
do se separan y obtienen por extraccion o por otras me-
didas ya conocidas.

3). Un procedimiento según las reivindicaciones anteriores caracterizado por ser esencialmente:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PARAFINA". - -

210

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

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

A handwritten signature in cursive script, possibly reading 'Alv', is written over a horizontal line.