

196648

196648

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE LA

PATENTE DE INVENCION

Que se solicita por 20 años en España y sus Colonias

A favor de la Empresa Nacional Calvo Botelo

De nacionalidad española

Residente en Madrid, Plaza de Salamanca, num. 8

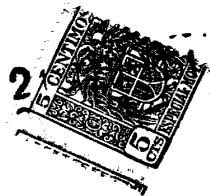
Por: "Un procedimiento de obtención de combustibles líquidos, lubricantes y Parafinas sólidas, a partir de alquitranes de pizarras bituminosas y productos similares".

Del que es inventor el Centro de Investigación de la citada Empresa.

Madrid, 21 de Febrero de 1951

196648

MEMORIA DESCRIPTIVA



de una Patente de Invención por 20 años en España y sus colonias a favor de la Empresa Nacional "Calvo Sotelo" de Combustibles Líquidos y Lubricantes, residente en Madrid, plaza de Salamanca nº 8, por

UN PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COMBUSTIBLES LIQUIDOS, LUBRICANTES Y PARAFINAS SOLIDAS A PARTIR DE ALQUITRANES DE PIZARRAS BITUMINOSAS Y PRODUCTOS SIMILARES,

de la que es inventor el Centro de Investigación de la citada Empresa.

-----

1 Por destilación de pizarras bituminosas, lignitos u otros carbones o de sustancias lignocelulósicas, se obtiene una mezcla de aceites de muy elevado grado de insaturación de los que, si  
5 se aplican los métodos de Refino normalmente usados en la industria del Petróleo, pueden obtenerse combustibles líquidos, lubricantes y parafinas sólidas aunque con grandes pérdidas debidas precisamente al citado carácter insaturado.

10 La invención objeto de la presente Patente permite la obtención a partir de tales alquitranes y en general de líquidos semejantes con elevado contenido en compuestos no saturados, de combustibles líquidos, lubricantes y parafinas só

196648

2



15 lidas de las más altas calidades que actualmente se encuentran en el mercado, con muy pequeñas pérdidas, incluso inferiores a las normales en el refinamiento de productos del Petróleo natural.

20 Consiste esencialmente el procedimiento que nos ocupa en un tratamiento previo del aceite bruto con hidrógeno bajo presión y a alta temperatura en condiciones tales que se evita la disociación de los hidrocarburos de alto peso molecular que contiene el citado aceite, al mismo tiempo que se consigue una completa o casi completa saturación, según se desee, de los compuestos no saturados, con lo que se conservan y se perfeccionan los hidrocarburos de composición apta para la formación de lubricantes y se aumenta la fracción de parafinas sólidas que se encuentran naturalmente en muchos de estos aceites. Por otra parte, el hidrógeno actúa sobre los compuestos de oxígeno, nitrógeno y azufre, eliminando estos perjudiciales elementos, al mismo tiempo que suprime las sustancias productoras de compuestos asfálticos. Todo ello se traduce, no sólo en un mejoramiento sensible de los productos finales, sino en un aumento notable de rendimiento.

40 Este tratamiento para ser eficaz debe hacerse en presencia de catalizadores resistentes al azufre y demás "venenos" que existen en las materias primas de que se trata; están constituidos esencialmente por sulfuros de wolframio y/o de mo-



1951

196648

libdeno depositados sobre un soporte de alúmina  
45 activada.

A título de ejemplo, se detalla a conti-  
nuación el tratamiento del aceite bruto obtenido  
por destilación a baja temperatura de las piza-  
rras bituminosas de Puertollano.

50 El aceite bruto privado de polvo y agua  
mediante filtración o centrifugado se introduce  
en una cámara autoclave guarnecida con un relle-  
no constituido por gránulos o pequeñas briquetas  
de alúmina activada en cuya superficie se ha de-  
55 positado sulfuro de wolframio, donde se trata por  
hidrógeno a 300°C y 325 atmósferas de presión, con  
lo que se obtiene un aceite de color notablemente  
más claro que el original, prácticamente completa-  
mente saturado y con un rendimiento de 92 a 94%  
60 de la materia prima introducida.

Un semejante aceite refinado con hidróge-  
no, puede fácilmente ser fraccionado, prácticamen-  
te sin pérdidas, por ejemplo, por destilación en  
dos fases (a presión atmosférica y vacío) en las  
65 fracciones deseadas, entre otras, gasolina, nafta,  
keroseno, gas-oil, aceites pesados y residuos pa-  
rafinosos. Estos últimos y, en general, el resi-  
duo después de separar por destilación las frac-  
ciones exentas de parafina, pueden ser sometidas  
70 al desparafinado por la acción de disolventes y  
ulterior refrigeración, obteniéndose por filtra-  
ción en estas condiciones parafinas sólidas y



aceites lubricantes de alta calidad.

Por ejemplo: Refiriéndonos siempre al aceite de pizarra bituminosa de Puertollano, una vez refinado por tratamiento con hidrógeno según se detalla en el ejemplo anterior, se separa por destilación a presión atmosférica y vacío las fracciones gasolina, nafta o keroseno y gas-oil; el residuo de esta destilación se mezcla con tres veces su volumen de un disolvente obtenido por mezcla de 70% de metiletilquetona y 30% de bencol del 90%. La mezcla se enfría a la temperatura de  $-20^{\circ}$ , con lo que cristaliza la parafina que se separa por filtración en un filtro rotativo.

De la fase líquida se recupera por eliminación del disolvente por destilación, el aceite lubricante, mientras que la masa parafinosa se priva del resto del aceite que la impregna mezclándola con una nueva cantidad de disolvente, refrigerando a  $-5^{\circ}$  y volviendo a filtrar en aparatos análogos a los empleados en la primera fase. Con ello se obtiene una parafina que se fracciona, si se desea, en blanda y dura (según el punto de fusión) mezclándola con nuevo volumen de disolvente y filtrando del mismo modo al empleado en las anteriores fases, después de enfriar a  $0^{\circ}$ ; de este nuevo tratamiento resulta parafina blanda disuelta en el disolvente, la cual se recupera por destilación de aquel y parafina dura en la fase sólida. Se obtiene, repetimos, aceite lubricante recuperado de la fase líquida.

196648



da del primer filtrado, parafina blanda recuperada de la fase líquida del tercer filtrado y parafina dura que es la fase sólida de este último.

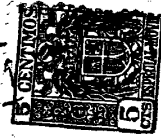
105 La fase líquida del segundo filtrado se recicla o bien se obtiene de ella, siempre por eliminación del disolvente por destilación, un aceite lubricante de punto de congelación más elevado que el obtenido en la operación principal.

110 El aceite lubricantes obtenido puede, al igual que la parafina, ser empleado en el estado en que se obtiene en los tratamientos que acabamos de describir, pero generalmente es preferible fraccionarlo para satisfacer las varias exigencias del mercado. Así por destilación fraccionada en vacío, pueden obtenerse aceites para usos, aceites de transformadores, lubricantes para máquinas y lubricantes para motores. Se comprende la amplia gama de productos de posible obtención, dada la gran variedad de aceites comerciales y la elasticidad del procedimiento de fraccionamiento por destilación.

120 Los productos que hemos mencionado y que resultan de este refino puramente por medios físicos, pueden ser sometidos, como tratamiento final requerido en algunos casos, a refino químico o físico-químico por métodos normales y conocidos, es decir por álcalis, ácidos y tierras decolorantes, con la sola diferencia de que las cantidades de reactivos requeridos son mínimos a causa de su carácter saturado y las pérdidas insignificantes.

130

196648



135 Los datos arriba mencionados sólo deben ser tomados a título de ejemplo, ya que pueden introducirse variaciones que pueden referirse principalmente a la adaptación del método general de trabajo de que se trata a las primeras materias de que se disponga (en los ejemplos citados de alquitrán de baja temperatura de pizarras bituminosas de Puertollano) y a las necesidades del mercado en cuanto a características y clase de los productos.

140

Así, pueden ser variadas las condiciones de presión y temperatura del tratamiento por hidrógeno, los límites de temperaturas de ebullición de las fracciones de carburantes y lubricantes, las temperaturas de desparafinado, pues éstos están ampliamente relacionados con los puntos de congelación de los aceites y de fusión de las parafinas, etc.

145

Por otra parte, las proporciones entre benzol y metiletilquetona pueden ser variadas entre amplios límites, así como emplear otros disolventes como dicloroetano, mezclas de metanol y tricloroetileno y reemplazar la metiletilquetona por propanona y en general por fracciones de cetonas alifáticas con puntos de ebullición comprendidos entre 63° y 200°. Estos disolventes pueden ser empleados en la misma instalación y en similares condiciones de trabajo, con lo que existe la facilidad de poder atenderse a aquellos productos que exis

155



196648

160 tan disponibles en cada momento en el mercado.

N O T A

Se reivindica por la presente Patente como nuevo y de propia invención:

- 165 1ª.- Un procedimiento de obtención de Combustibles líquidos, Lubricantes y Parafinas sólidas a partir de alquitranes de pizarra bituminosa y productos similares, caracterizado esencialmente porque la materia prima se somete a un tratamiento por hidrógeno a temperaturas entre 500° y 400° y
- 170 presiones entre 50 y 350 atmósferas, en presencia de catalizadores resistentes al azufre tales como sulfuro de wolframio y/o de molibdeno precipitados sobre alúmina activa o sílice activa u otro soporte inerte.
- 175 2ª.- Un procedimiento de obtención de Combustibles líquidos, Lubricantes y Parafinas sólidas a partir de alquitranes de pizarra bituminosa y productos similares, caracterizado esencialmente porque el producto obtenido según la reivindicación anterior
- 180 se somete a la destilación fraccionada a presión atmosférica y vacío con ayuda de vapor recalentado obteniendo fracciones similares a las normales en la destilación de petróleos.
- 185 3ª.- Un procedimiento de obtención de Combustibles líquidos, Lubricantes y Parafinas sólidas a partir



196648

de alquitranes de pizarra bituminosa y productos similares, caracterizado porque a la o a las fracciones obtenidas según la reivindicación anterior que contengan parafinas sólidas se las separan estas mediante extracción selectiva a bajas temperaturas por disolventes en tres fases. En la primera se añade 200-600% de disolvente al aceite y la mezcla obtenida se enfría a temperaturas entre -20° y -25°, separando el sólido obtenido mediante filtración. En la segunda, la masa parafinosa así obtenida se mezcla con 200%-600% de disolventes enfriando desde 0 hasta -15°, repitiendo la operación de filtrado. En la tercera la masa de parafina de la segunda operación se mezcla con 100 - 500% de disolvente, se enfría entre -5° y +10° y se vuelve a filtrar. El sólido de esta última filtración es parafina dura comercial, mientras que el líquido contiene la parafina blanda, que se obtiene en estado comercial por eliminación del disolvente.

4°.- Un procedimiento de obtención de Combustibles líquidos, Lubricantes y Parafinas sólidas a partir de alquitranes de pizarra bituminosa y productos similares, caracterizado esencialmente porque los disolventes empleados pueden ser dicloroetano, o bien mezclas de 10 hasta el 50% de bencol comercial con 90% hasta el 50% de cetonas alifáticas de punto de ebullición comprendidos entre 62° y 180°, o bien mezclas de 35% hasta 45% de deriva-

196648

- 9 -



215 dos clorados del etileno con 65% hasta el 55% de  
alcoholes alifáticos.

52.- Un procedimiento de obtención de Combustibles  
líquidos, Lubricantes y Parafinas sólidas a partir  
de alquitranes de pizarra bituminosa y productos  
220 similares, caracterizado esencialmente porque de  
la fase líquida de la primera filtración de la se-  
paración de parafinas con arreglo a la reivindica-  
ción 3ª, que contiene disuelta en el disolvente em-  
pleado el aceite lubricante total libre de parafi-  
225 nas sólidas y por tanto de bajo punto de congela-  
ción, se recupera éste por separación del disolven-  
te mediante destilación.

62.- Un procedimiento de obtención de Combustibles  
líquidos, Lubricantes y Parafinas sólidas a partir  
230 de alquitranes de pizarra bituminosa y productos  
similares, caracterizado esencialmente porque el  
aceite lubricante total obtenido mediante la rei-  
vindicación anterior, se fracciona, por destila-  
ción a vacío con o sin arrastre de vapor, en pro-  
235 ductos lubricantes comerciales con arreglo a los  
requerimientos del mercado.

72.- Un procedimiento de obtención de Combustibles  
líquidos, Lubricantes y Parafinas sólidas a partir  
de alquitranes de pizarra bituminosa y productos  
240 similares, caracterizado esencialmente porque los  
productos obtenidos mediante la reivindicación an-  
terior y la reivindicación nº 2, se refinan median

245 te ácidos y/o álcalis y/o tierra decolorante y/o  
carbón decolorante, con arreglo a los métodos en  
uso en los productos petrolíferos, aunque estos  
tratamientos son, en general, innecesarios y sola-  
mente serán requeridos en caso de productos de  
exigencias extremadas en cuanto a calidad.

250 8º.- Un procedimiento de obtención de Combustibles  
líquidos, Lubricantes y Parafinas sólidas a partir  
de alquitranes de pizarra bituminosa y productos  
similares.

Tal y como se describe en la presente Me-  
moria y reivindica en las anteriores notas.

255 La presente Memoria consta de diez hojas  
foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, 19 de febrero de 1.951.



LACRUZ  
P.P.