

199002

30 JUN 1958



199002

MEMORIA DESCRIPTIVA
de una Patente de Invención por 20 años,
a nombre de:

STEINKOHLBERGWERK RHEINPREUSSEN, resi-
dente en Homberg/Niederrhein (Alemania),
por "PROCEDIMIENTO PARA AUMENTAR EL REN-
DIMIENTO EN PARAFINAS EN LA HIDROGENA-
CION CATALITICA DE OXIDO DE CARBONO".

=====

El presente invento se refiere a un procedimiento que tie-
ne por objeto mantener e incluso elevar el rendimiento en para-
finas obtenido en la hidrogenación catalítica de óxido de carbo-
no con catalizadores de hierro al comienzo de empezar la opera-
5 ción. Entendemos por parafinas los hidrocarburos parafínicos de
elevado peso molecular que son sólidos a la temperatura normal.
Es sabido que la formación de parafinas en la hidrogenación cata-
lítica de óxido de carbono depende del contenido alcalino del ca-
talizador de hierro y precisamente el rendimiento en parafinas
10 crece hasta un cierto grado con la cantidad álcali. Desgraciada-
mente la formación de parafinas va cediendo con el tiempo de ser-
vicio. Esto se observa de un modo muy especial cuando se trabaja
a presión normal.

Trabajando a presión media se ha intentado corregir este
15 inconveniente por el hecho de que el catalizador se trate con

199002^{30 JU}



oxígeno al momento que se observa que disminuye la formación de parafinas. Este método ha debido producir ciertos resultados, pero tiene el inconveniente de que el catalizador se tiene que reducir o formar nuevamente cada vez, lo que supone pérdidas de tiempo y de gas. En el servicio a presión normal no puede aplicarse este método, pues el catalizador no puede avivarse nuevamente después del tratamiento de oxígeno mediante una formación.

Ahora bien, se ha descubierto que el catalizador de hierro no se debilita en su formación de parafinas, tanto con presión normal como con presión media, cuando durante el servicio se le incorpora de tiempo en tiempo combinaciones alcalinas. Preferentemente esto se combina con una extracción, agregando una combinación alcalina al medio de extracción cuando se ha extraído la cantidad principal de parafinas. En esto se debe dar importancia especial a que la combinación alcalina, caso de que no sea soluble en el medio extractivo, se muele lo más finamente posible y la suspensión del medio extractivo y de la combinación alcalina presente gran estabilidad (gracias por ejemplo a emplear vibraciones ultrasónicas en la preparación de la suspensión), pues el efecto del procedimiento según el invento depende en alto grado de ello. Cuanto más fina es la combinación alcalina y cuanto más consistente es la suspensión, tanto más intensa es la realcalinización; pues con una molienda gruesa y una sedimentación demasiado rápida la combinación alcalina se deposita en su mayor parte sobre el catalizador, de suerte que a las primeras capas del catalizador solo llega un poco de combinación alcalina y a la mayor parte del catalizador no llega absolutamente ninguna. Con preferencia el álcali empleado para realcalinización se emplea en estado de tan fina división que la suspensión del álcali en el medio extractivo en el espacio de una hora solo se sedimenta en un 80 % y con preferencia menos que el 50 %.



Son combinaciones alcalinas adecuadas los óxidos, hidróxi-
dos carbonatos, hidrocarbonatos, fosfatos, silicatos y boratos
del sodio y potasio, y además combinaciones alcalinas orgánicas,
50 como alcoholatos alcalinos, formiatos, acetatos o sales alcali-
nas de ácidos orgánicos más elevados, como jabones.

Con la realcalinización no solo puede impedirse que des-
cienda la formación de parafinas en el decurso del tiempo de ser-
vicio, sino que gracias a la cantidad de álcali posteriormente
55 agregada se tiene en la mano la posibilidad de llevar a un más
alto rendimiento en parafinas los catalizadores de hierro que al
principio forman poca parafina.

Explicaremos más detenidamente el invento valiéndonos de
los siguientes ejemplos.

60 Ejemplo 1:

Un catalizador de hierro precipitado con carbonato sódico,
que junto con álcali y cobre contiene también magnesio como ac-
tivador y tierra de infusorios como soporte, se sirve a presión
normal y a 230° con la velocidad espacial de 70 Nm³/h y m³ de
65 espacio de catalizador, con gas de agua. Después de 345 horas
se extrae por primera vez e inmediatamente se sigue trabajando
en las condiciones que hasta ahora. El rendimiento de parafina
hasta las 345 horas de servicio es de 35,7 % del total de pro-
ductos. Después de la hora 605 de servicio se repite la extrac-
70 ción. Los rendimientos en parafina desde la hora 346 hasta la
605 o desde 606 hasta 896 fueron de 27,5 y 24,2 % respectivamen-
te. Frente a esto se forma una cantidad constante de parafina
total cuando el catalizador se trata según el invento, como se
deduce del cuadro 1 y de la siguiente descripción.

75

Cuadro 1.

Formación de parafina en servicio a presión normal
sin y con tratamiento del catalizador de hierro se-
gún el invento.



Formación de parafina

80	+ Sin realcalinización		Con realcalinización	
	horas de servicio	parafina total en %	horas de servicio	parafina total en %
	1. - 345.	35,7	1. - 374.	34,9
	346. - 605.	27,5	375. - 624.	36,2
	606. - 896.	24,2	625. - 915.	34,1

85 El mismo catalizador se toma para servir en las condiciones ya descritas y después de la 374 hora de servicio se extrae con bencina pesada. Después que se elimina la cantidad principal de parafina, se emplea para la demás extracción una bencina pesada en la que se suspende carbonato potásico finamente molido. Una

90 vez terminada la extracción, se sigue utilizando el catalizador en las condiciones que hasta aquí. El rendimiento en parafina en el primer periodo de servicio es de 34,9 % de los productos totales. Después de 624 horas de servicio se sigue el procedimiento como en la primera extracción según el invento. Los rendimientos

95 en parafina en el segundo y en el tercer periodo de servicio fueron de 36,2 y 34,1 % respectivamente. Por consiguiente es así posible mantener la cantidad de parafina al principio formada gracias a la realcalinización.

Ejemplo 2:

100 Un catalizador de hierro precipitado que como soporte contiene dolomita se emplea a 10 atmósferas absolutas y a 214° con un gas de síntesis cuya relación H_2/CO es de 1,7, con una velocidad espacial de 600. Después de la hora 1.037 y de la 1.875 de servicio se extrae el catalizador. En los tres periodos de ser-

105 vicio hasta la hora 2.558 las cantidades de parafina formadas son las indicadas en el cuadro 2.

Cuadro 2.

Formación de parafina con servicio a media presión sin y con tratamiento del catalizador de hierro según el invento.



110

Formación de parafina

sin realcalinización		Con realcalinización	
horas de servicio	parafina total en %	horas de servicio	parafina total en %
1. - 1037.	28,7	1.- 275.	30,5
1038. - 1875.	24,2	276. - 995.	38,5
115 1876. - 2558.	21,8	996.- 1668.	41,2
		1669.- 2124.	39,4
		2125.- 2678.	38,9

De este cuadro se desprende que el mismo catalizador y en las mismas condiciones de servicio produce un rendimiento en parafinas considerablemente mayor cuando se le extrae más frecuentemente y se le realcaliniza según el invento.

120

:--:--:--:--:--:--: N O T A :--:--:--:--:--:--:

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

1.- Procedimiento para aumentar el rendimiento en parafinas en la hidrogenación catalítica de óxido de carbono con catalizadores de hierro, caracterizado porque el catalizador de hierro mantenido algún tiempo en servicio, se realcaliniza.

125

2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el álcali empleado para la realcalinización se incorpora al medio de extracción.

130

3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque el álcali empleado para la realcalinización se emplea en estado de tan fina división que la suspensión del mismo álcali en el medio de extracción se sedimenta en el curso de una hora solamente en un 80 %, con preferencia en menos del 50 %.

135

Esta patente recae sobre "PROCEDIMIENTO PARA AUMENTAR EL RENDIMIENTO EN PARAFINAS EN LA HIDROGENACION CATALITICA DE OXIDO

= 6 =

199062



DE CARBONO", como queda descrito en la presente memoria y caracterizado en la anterior Nota.

Madrid, 30 de Julio de 1.951.

ANTONIO FERNANDEZ PASCUA
A.P.

Antonio Fernandez Pascua