

417914

.16



417914

F.C. 11-7-75

Int. Cl.: CO7C

PATENTE DE INVENCION

que por veinte años, para España, se solicita a favor de la Firma RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, de entidad alemana, residente en OBERHAUSEN-HOLTEN (REPUBLICA FEDERAL DE ALEMANIA), por: "PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE COBALTO DE LOS PRODUCTOS PRIMARIOS DE LA OXO-SINTESIS Y LA REUTILIZACION DEL MISMO EN LA FASE DE LA SINTESIS."

MEMORIA DESCRIPTIVA

En los procedimientos oxo-técnicos conocidos hasta la presente, se transforman las olefinas con monóxidos de carbono e hidrógeno en la presencia de combinaciones de cobalto a una elevada temperatura y presión. Los productos primarios que se producen por esta transformación (productos base), se componen principalmente de aldehídos primarios y alcoholes y comprenden el cobalto empleado como catalizador disuelto en forma de las combinaciones de cobaltocarbonilo. Estos cobaltocarbonilos dificultan de una manera importante la posterior transformación de los referidos productos primarios - por ejemplo, la destilación e hidrogenación de los mismos - por lo que es preciso eliminarlos a través de una fase especial, llamada fase de "descobaltización".-

La rentabilidad de los procedimientos oxotécnicos depende de una manera importante del hecho de que la separación de cobalto sea efectuada de tal forma que el cobalto y las combinaciones cobaltosas, respectivamente, que se producen, puedan ser fácilmente separados de los productos orgánicos de la reacción para --

417914

- 2 -



20 ser devueltos sin complicaciones de ninguna clase a la fase de la
hidro-formilación. De los numerosos procedimientos conocidos hasta
la fecha para llevar a efecto la descobaltización de los oxo-pro-
ductos primarios, destaca de una forma especial el empleo de va-por
de agua, tanto por su economía como por la ventaja de que al mismo
tiempo los productos de condensación más altos que están compren-
didos en los productos oxo-naturales, pueden ser parcialmente diso-
30 ciados. De acuerdo con las condiciones empleadas para efectuar la
reacción, se obtienen mediante el tratamiento con vapor de agua di-
ferentes productos de desintegración de las combinaciones cobalto-
sas, mientras que en la presencia de correspondientes ácidos, se ob-
tienen de los mismos las respectivas sales cobálticas.-

35 Por la Patente Francesa nº. 1.018.055 se tiene conocimien-
to de cómo disolver las combinaciones de cobaltocarbonilo que se -
encuentran en los productos primarios de la oxo-síntesis, por me-
dio de vapor de agua, formándose un metal cobaltoso de una distri-
bución fina. A continuación se puede separar el metal a través de
35 los correspondientes dispositivos separadores mecánicos, de la fa-
se orgánica que contiene los productos de la oxo-síntesis, al obje-
to de devolver en una fase posterior las combinaciones de cobalto
así preparadas al oxo-proceso. Sin embargo, por la aplicación de es-
te procedimiento se ha podido comprobar que en la mayor parte de
40 los casos, se separa solamente una parte de cobalto en forma de me-
tal, mientras que el resto se puede encontrar de forma disuelta en
la fase acuosa. Además, el referido procedimiento no garantiza que
el metal cobaltoso sea obtenido siempre en un estado propicio pa-
ra efectuar una separación, por ejemplo, por medio de un filtraje.-

45 En la Patente DT-OS nº. 1.937.662 se ha descrito la se-
paración del catalizador de la hidro-formilación de los oxo-pro-
ductos a través del tratamiento con vapor de agua, debiendo tener
los mismos, de una forma absolutamente necesaria, los contenidos --
sulfúricos por debajo de los, preferentemente por debajo de has-
50 ta 2 mgs/kilo. Por tal motivo será necesaria, en el caso normal, --
efectuar una costosa depuración sulfúrica de las olefinas de par-

417914

16 AGO.



- 3 -

55 tida como asimismo de los gases de la síntesis. Por la aplicación de este procedimiento se producirá la totalidad de cobalto contenido en el oxo-producto primario, en forma de una solución acuosa de las sales cobálticas, pero ante todo como formiato cobaltoso. Sin embargo, este procedimiento no puede ser aplicado con el debido éxito para las olefinas de más de cinco átomos C. Tampoco se forma en este caso un cobalto metálico, sino se producen en su lugar hidróxidos de cobalto y/o formiatos cobaltosos básicos que difícilmente pueden ser separados y que tienden con gran facilidad a formar residuos en la zona de la descobaltización.-

60 Finalmente se conoce también el sistema de añadir a la zona de descobaltización ácidos y/o agentes oxidantes. Con ello se pretende facilitar la oxidación del cobalto en las combinaciones de cobalto carbonilo comprendidas en el oxo-producto primario como
65 + asimismo favorecer la formación de las sales cobálticas de los ácidos que han sido añadidos. Se emplean con preferencia el ácido acético o bien el ácido fórmico, mientras que como agente oxidante se utiliza el oxígeno ó el aire. Al existir suficientes cantidades de
70 ácido y de agua (a través de la condensación del vapor que se ha añadido) en la zona de descobaltización, se obtiene el cobalto exclusivamente en forma de una solución acuosa diluida de la sal cobáltica del correspondiente ácido. No obstante, esta solución puede ser devuelta a la fase de la hidro-formilación pero desde luego
75 no sin efectuar antes una preparación bastante engorrosa.-

80 La formación de soluciones salinas acuosas de cobalto que sean muy diluidas, por ejemplo, en el caso del tratamiento de los oxo productos primarios no sulfurosos o bien con un reducido contenido sulfúrico con el vapor de agua, ó bien en el caso de la separación de cobalto a través de vapor de agua en la presencia de ácidos y/o agentes oxidantes, pone de manifiesto unas desventajas que son considerables. Debido a que los productos de la oxo-reacción pueden ser mezclados con el agua, pero sólo de una manera bastante superficial, en el retroceso de las soluciones salinas acuosas de cobalto
85 se forma en el oxo-reactor una fase acuosa heterogénea que produce a su vez una reducción de la velocidad de transformación y que has

417914

- 4 -



ta puede ocasionar la interrupción de la reacción. Al objeto de impedir una caída del rendimiento dentro del oxo-reactor, se concentran las soluciones acuosas diluidas de las sales cobálticas por medio de la evaporación de la mayor parte de su agua, o bien el cobalto que existe en la solución es precipitado para devolver seguidamente la combinación de cobalto obtenida a la oxo-fase.-

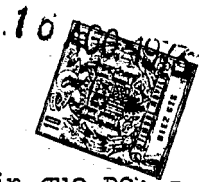
Por consiguiente, se había planteado el problema de desarrollar un procedimiento para la separación de cobalto de los productos primarios de la oxo-síntesis, el cual garantizase una separación la más completa posible del cobalto en una forma sólida, sin que por ella se produzca residuos dentro del reactor. Además, habría de ser asegurado que el estado de las partículas metálicas fuese de tal forma que su eliminación de la fase acuosa sería factible de una manera sencilla y con la aplicación de los métodos de tipo convencional. Finalmente debería existir la posibilidad de emplear el cobalto otra vez como catalizador, sin que para ello se tenga que realizar más preparativos.-

De acuerdo con el presente invento se resuelve esta tarea por un Procedimiento para la separación de cobalto del producto primario de la oxo-síntesis que contiene combinaciones de cobalto-carbonilo disueltas, por el tratamiento del producto primario con vapor de agua al objeto de volver a emplear el cobalto separado en la fase de la síntesis, por lo que el contenido sulfúrico del producto primario que se ha ajustado antes o bien durante el tratamiento con vapor de agua, en su caso, mediante la adición de azufre en la forma adecuada, a un mínimo de 15 mgs/kilo de producto primario, lleva a efecto la separación - de una manera ya conocida - del cobalto ya segregado, por el tratamiento con vapor de agua, suspendiéndolo en un disolvente orgánico apropiado, ante todo en los residuos de destilación del oxo-proceso, para ser devuelto en su caso, después de realizarse la compensación de las pérdidas de cobalto sufridas, a la fase de la síntesis.-

Por la influencia directa del vapor sobre el oxo-producto primario que ha de contener las suficientes cantidades de azufre, el cobalto se presenta en forma de partículas metálicas --

417914

- 5 -



que mecánicamente pueden ser separadas con facilidad, sin que por ello se produzcan residuos dentro del reactor. En este proceso, el metal cobaltoso acusa una distribución tan fina, que el mismo puede ser suspendido sin dificultades en los disolventes orgánicos, ante todo en los residuos de destilación del oxo-proceso, al objeto de ser devuelto en esta forma, por ejemplo, por medio de bombeo, al oxo reactor. Dado que tales suspensiones de concentraciones de cobalto del 20 al 30% se pueden elaborar sin dificultades, las mismas poseen como catalizador de ciclo unas ventajas sustanciales en comparación con otros sistemas. Aparte de la sencillez de efectuar el ciclo, ha de subrayarse ante todo el hecho de que en conjunto con el cobalto, se introducen bastante menos medios de suspensión orgánicas que el agua al emplear un ciclo de soluciones acuosas de sales o bien jabones cobálticos. Además, el medio de suspensión orgánico no produce ninguna merma en el rendimiento del oxo-reactor.

Al objeto de obtener en la descobaltización con vapor de agua un ceno metálico de fácil separación, sin que se produzcan atascos o residuos por el cobalto, el oxo-producto primario ha de tener un contenido sulfúrico de más de 15 mgs/kilo. Sobre todo en el caso de una concentración de aprox. 3 hasta 10 mgs de azufre por kilo de oxo-producto primario, el metal cobaltoso se presenta perfectamente en forma de partículas que tienden a acumularse. Sin embargo, este peligro ya no existirá en los casos de un contenido sulfúrico por encima de 15 mgs por kilo del oxo-producto primario.

Con la finalidad de ajustar el contenido sulfúrico que ha de ser cumplido de acuerdo con el presente invento, se le añade al sistema no sulfúrico o bien de poco contenido sulfúrico el azufre en forma de azufre elemental (flor de azufre) o bien de sulfuros. Por sulfuros se entienden en este caso los sulfuros inorgánicos como el sulfuro de hidrógeno, el oxisulfuro de carbono, el sulfuro de amonio, sulfuros alcalinos, sulfuros alcalino terreos o bien los sulfuros cobálticos, como asimismo las combinaciones sulfúricas orgánicas, como los mercaptanos, tioéteres o bien el sulfuro de carbono.

La adición de azufre o de las combinaciones sulfúricas -

417914

- 6 -



160 al oxo-reactor puede llevarse a efecto tanto en la fase de la hidro-formilación como después en la zona de la descobaltización. Para la misma es de poca importancia si el azufre o bien las combinaciones sulfúricas hayan sido introducidos al sistema solas o en unión de los demás productos de la reacción, como son el gas de la síntesis, la olefina, el catalizador y el vapor. Sin embargo, se ha de procurar que sea efectuada una distribución rápida y uniforme del azufre o de las combinaciones sulfúricas dentro del recipiente de la reacción.-

170 De acuerdo con un tipo de ejecución por excelencia del procedimiento objeto del presente invento, se introduce el azufre elemental en forma de la flor de azufre, para añadirlo conjuntamente con el cieno metálico del cobalto de recuperación, en forma de una suspensión, a la fase de la síntesis. Esta forma de la adición del azufre se caracteriza por su alto grado de eficacia; aparte de ello, la misma puede ser realizada de una manera sumamente sencilla, dado que solamente ha de introducirse la correspondiente capacidad de la flor de azufre en la suspensión de cobalto. Dado que -

175 la descomposición de los cobalto-carbonilos se produce en la fase de la descobaltización, podrá realizarse la adición del azufre o de las combinaciones sulfúricas - como ya anteriormente indicado - también en la zona de descobaltización. Debido a la presencia de agua que se produce por la condensación del vapor que se ha aplicado, se emplean en este caso con preferencia las combinaciones sulfúricas que sean solubles al agua, como por ejemplo, el sulfuro de hidrógeno, sulfuro de amonio o bien los sulfuros alcalinos. Naturalmente pueden ser empleados en la zona de la descobaltización también las combinaciones sulfúricas que sean solubles al aceite, --

180 mientras que en la fase de la síntesis podrán utilizarse igualmente los sulfuros solubles al agua.-

185 El tratamiento de los oxo-productos primarios con vapor de agua se lleva a efecto, en una forma ya conocida, por la introducción del vapor a una temperatura de aprox. 100 hasta 200°C y 130 hasta 180°C, respectivamente, como asimismo a una presión de aprox.

417914

- 7 -

16 AGO



5 hasta 10 atm. y 10 hasta 20 atm. respectivamente. El cobalto que se produce en forma de una distribución fina, podrá ser separado a continuación de la fase acuosa a través de un filtraje, una decantación o bien mediante un centrifugado.-

195

Para el caso de llevar el catalizador de cobalto sobre su base de metal cobaltoso en ciclo, la mayor parte del azufre - añadido se mantiene en forma de sulfato de cobalto dentro del catalizador que se encuentra en circulación. Al objeto de sostener la concentración de azufre necesaria, hará falta, por lo general, - añadir al sistema tan solamente la cantidad de azufre que resta en el producto orgánico después del tratamiento con el vapor de agua o bien que se queda en la fase acuosa y que, por lo tanto, se pierde en la circulación de contacto. El límite superior de la -- concentración de azufre en el oxo-producto primario es el resultado de la influencia que ejerce la actividad catalítica del catalizador de cobalto. Pueden ser admitidos hasta más de 500 -- mgs. de azufre por kilo del oxo-producto primario, y en el caso de que el azufre del oxo-producto primario existe principalmente como sulfuro de cobalto o bien en forma de cobaltosulfocarbonilo, - hasta más de 1.000 mgs/kilo.-

200

205

210

Hasta en los casos de contenidos sulfúricos de este orden, los productos primarios obtenidos son sorprendentemente equivalentes en cuanto a su calidad a aquellos que se obtienen por el sistema de trabajo con exención de azufre.-

215

El procedimiento objeto del presente invento, no está - sujeto a la utilización de determinadas olefinas sino el mismo -- puede ser aplicado de una forma general. El único factor determinante es el contenido sulfúrico del producto primario, el cual es el resultado del contenido sulfúrico de los elementos de reacción (olefinas, gas de síntesis y el azufre que se ha añadido. Por tal, motivo, el nuevo procedimiento sirve tanto para la transformación de las materias de partida, no sulfúricas, y aquí ante todo para - los gases de la síntesis que son exentos de azufre, como asimismo para aquellos elementos de la reacción cuyo contenido sulfúrico,

220

417914

16



- 8 -

225 dentro del oxo-producto primario conduce al contenido sulfúrico es
pecialmente desfavorable de aprox.3 hasta 15 mgs por kilo.De una -
forma especialmente ventajosa resulta el nuevo procedimiento para
la transformación de los propilenos, butenos, heptenos, octenos, tri-
ó tetrapropilenos y otros tipos de polimerolefinas, las olefinas se
230 paradas del cracking térmico o bien catalítico de las parafinas o
bien para la transformación de las olefinas estructurales según --
Ziegler.-

En vista de que la adición de azufre ó de las combinacio
nes sulfúricas solamente tiene influencia sobre el proceso de la -
descobaltización sin que éste influya de forma negativa en la hi--
235 droformilación propiamente dicho, el mismo puede ser a-
plicado para todos aquellos oxo-procesos en que la descomposición de las combi-
naciones de cobalto-carbonilo se lleva a efecto con vapor de agua.
No se produce ningún aumento de coste que interfiriese en la renta
240 bilidad del procedimiento por ejemplo, debido a una depuración fina
de los elementos de reacción, por la adición de ácidos y/o agentes
oxidantes o bien por la preparación de las soluciones diluidas de
la sal cobáltica que se pudiesen producir.-

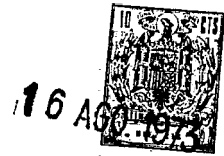
EJEMPLOS

245 En una instalación para fines de ensayos (de acuerdo --
con el plano adjunto), la cual se compone de un oxo-reactor 1, un re-
frigerador para el producto 2 así como de un separador de gases 3,
se ha elaborado, en la forma ya conocida, un oxo-producto primario -
con contenido de cobalto-carbonilo. Para tal fin, se introdujeron --
250 por una tubería 5 el gas de la síntesis, por otra tubería 6 la ole-
fina y por otro conducto 7 el oxo-catalizador al reactor. Por una -
tubería 8 se pudieron añadir - a través de especiales dispositivos
de medición y de regulación - el azufre así como las combinaciones
sulfúricas, respectivamente, al gas de síntesis, por otra tubería 9 -
255 al catalizador y por otro conducto más 11 lo mismo para la zona de
la descobaltización 4.-

El oxo-producto primario que sale del separador de gas 3
o sea una mezcla con contenido de cobalto-carbonilo y - de acuerdo

417914

- 9 -



260 con las condiciones aplicadas para la reacción - con más o menos
contenido sulfúrico, compuesto de aldehidos, alcoholes, ésteres y -
otros productos secundarios, ha sido tratado con vapor de agua --
que se ha introducido a través de una tubería 10 en la zona de -
la descobaltización 4.-La mezcla descobaltizada de la hidro-form-
265 milación que sale de la zona de descobaltización 4, se compone de
tres fases, a saber: una fase orgánica ("aldehido crudo"), una fa-
se acuosa que contiene cobalto en su solución, así como de una fa-
se sólida que contiene un cieno de cobalto de partículas finas;-
la misma también puede ser compuesta por el sistema de las dos
fases del aldehido crudo y la fase acuosa. Además mezclas de va-
270 rios componentes pueden ser separadas por medio de los dispositi-
vos apropiados 12.-

275 La fase de la síntesis posee normalmente temperaturas
de 120 hasta 180°C, y presiones de 200 hasta 350 atm. mientras que
la cantidad de cobalto empleada, es en proporción con las olefi-
nas, preferentemente de 0,1 a 1,0 por ciento del peso.-

Las temperaturas que rigen en la zona del tratamiento
con vapor de agua, oscilan entre 50 y 180°C, dándose preferencia a
120 hasta 160°C; las presiones son de 5 a 30 atm. pero con prefe--
rencia entre 10 y 20 atm.-

280 Los resultados de los ensayos realizados están relacio-
nados en la tabla adjunta. A través de los ensayos y una vez ajus-
tadas las condiciones de reacción del oxo-producto primario des-
pues del separador de alta presión 3, las cuales están indicadas
en la tabla, se han determinado los contenidos de cobalto y de --
285 azufre del mismo, fijándose al mismo tiempo el contenido de cobal-
to que ha de tener cada una de las fases de la mezcla de varios
comp-onentes después de la zona de descobaltización 4. Por la de-
terminación de la cantidad para cada una de las fases, se han fi-
jado la parte del cobalto disuelto, tanto en el aldehido crudo co-
290 mo en la fase acuosa, determinándose también la producción de co-
balto sólido. El cobalto que después de la determinación se pre--
senta como metal y en forma de combinaciones metálicas ha sido -
continuamente devuelto al reactor.-

417914

- 10 -

16 AGO. 1953



T A B L A

Ejemplo	Olefina empleada	Transformación en la fase de la síntesis en %	Fase de descobaltización temperatura Presión Atm.	Combinación sulfúrica añadida
1	Propileno	99	150 12	
2	Propileno	99	150 12	CO ₂ /H ₂ S en el gas de la síntesis
3	Propileno	98,5	150 12	CO ₂ /H ₂ S en el gas de la síntesis
4	Propileno	98,4	150 12	Flor de azufre por contacto de introducción
5	Propileno	98,5	150 12	Cos por contacto de introducción
6	Propileno	98,7	150 12	CS ₂ por contacto de introducción
7	Propileno	98,4	150 12	H ₂ S en gas de introducción
8	Propileno	98,7	150 12	(NH ₄) ₂ S acuosa en la zona de descobaltización
9	Propileno	97,5	150 12	Cos por contacto de introducción.
10	Diisobutileno	96,0	180 20	(NH ₄) ₂ S acuosa en la zona de descobaltización
11	Diisobutileno	95,0	180 20	na de descobaltización
12	α-Olefina, C ₈ -C ₁₀	97,0	180 20	
13	α-Olefina C ₈ -C ₁₀	95,5	180 20	CO ₂ /H ₂ S en el gas de la síntesis
14	α-Olefina C ₈ -C ₁₀	95,6	180 20	Flor de azufre por contacto de introducción

417914

16



Ejemplo	Oxo-producto primario Cobalto Azufre grs/kg	Oxo-producto primario des cobaltizado mgs Cob./1.	Cobalto disuelto en fase orgánica	disuelto en H ₂ O	% de cobalto como hidróxido cobáltico cobáltico	Observaciones
1	2,42	<1	3,2	96,8	-	
2	2,40	8	0,4	32,0	67,6	
3	2,35	20	0,2	31,6	68,2	Residuos de cobalto en la zona de descobaltización.
4	2,40	59	0,2	18,3	81,5	
5	2,43	78	0,2	18,2	81,6	
6	2,38	64	0,3	13,7	86,0	
7	2,41	50	0,2	13,9	85,9	
8	2,45	18	0,2	11,8	88,0	
9	2,40	300	0,1	10,0	89,9	
10	3,10	<1	3,6	35,0	0,4	61,0
11	3,17	10	0,6	22,0	76,0	1,4
12	3,21	<1	5,8	34,2	2,0	58,0
13	3,20	60	0,4	13,2	86,0	0,4
14	3,22	55	0,2	12,0	87,6	0,2

417914

- 12 -



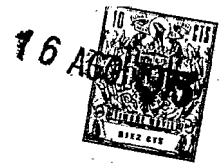
De los ejemplo anteriormente indicados se podrá derivar lo que si
295 que:La hidro-formilación de las olefinas y la siguiente descobal-
tización de la mezcla de reacción que sale del oxo-reactor, produ-
ce en caso de que los contenidos sulfúricos sean por debajo de 1,
mg/kilo y en ausencia de ácidos y/o agentes oxidantes, remanentes
de cobalto desde 80 hasta 140 mgs/litro en la fase orgánica de --
300 los productos de valores determinados.(ver los ejemplos 1,10 y 12).
Bajo estas condiciones de la descobaltización se produce la mayor
parte del cobalto empleado por la utilización de propileno, en for-
ma de sal cobáltica disuelta en agua, mientras que por la utiliza-
ción de las olefinas más altas se presenta el mismo en forma de -
305 hidróxido de cobalto.-

Por la adición de reducidas cantidades de azufre se po-
drá disminuir el remanente de cobalto de la fase orgánica a menos
de 10 mgs/litro; de forma paralela aumentará la parte del metal co-
báltico suspendido en el oxo-producto primario despues de la fase
310 de descobaltización.-

En el caso de contenidos sulfúricos de aprox.3 hasta 15
ppm, el cobalto no solamente se presenta en forma de suspensión --
dentro de la fase acuosa, sino también se producen los indeseables
residuos del cobalto en las paredes de la instalación de descoba-
315 lización (ver los ejemplos 2 y 11).-

Por tener un contenido sulfúrico mayor de 15 ppm azufre
kilo en el oxo-producto primario, se podrá conseguir una buena des-
cobaltización con una elevada producción de metal cobáltico, sin -
que por ello se formen residuos de cobalto en la fase de la desco-
320 baltización. Como combinación de azufre sirven para este fin, entre
otros, los siguientes productos: COS o bien H₂S- en el gas o por -
la adición en la zona de la descobaltización (ver los ejemplos 2,
3,7 y 13), flores de azufre en el catalizador de cobalto (ver los
ejemplos 4 y 14), sulfuro de cobalto en el catalizador de aplica-
ción (ver los ejemplos 5 y 9), sulfuro de carbono (ejemplo 6) o --
325 bien soluciones acuosas de sulfuro de amonio (ver los ejem-plos 8
y 11).-

417914



330 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la -
presente invención, se hace constar que en la misma podrán ser va-
riables los materiales, dimensiones y en general aquellos otros de
talles accesorios o secundarios que no alteren, cambien ni modifi-
quen la esencialidad propuesta.-

Los términos en que queda redactada esta memoria son - -
ciertos y fiel reflejo del objeto descrito, debiéndose interpretar,
en un sentido más amplio y nunca en forma limitativa.-

335

REIVINDICACIONES

Se reivindica como de la propia y nueva invención la pro-piedad y
explotación exclusiva de:

340 1ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos
primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fa
se de la síntesis; una oxo-síntesis que contiene combinaciones de
cobalto-carbonilo disueltas mediante el tratamiento del producto -
primario con vapor de agua al objeto de volver a emplear el cobal-
to separado en la fase de síntesis, caracterizado por el hecho de -
que el contenido sulfúrico del producto primario que se ha ajusta-
do antes o bien durante el tratamiento con vapor de agua, en su ca-
345 so, mediante la adición de azufre en la forma adecuada, a un mínimo
de 15 mgs/kilo del producto primario lleva a efecto la separación
- de una manera ya conocida - del cobalto ya segregado por el tra-
tamiento con vapor de agua, suspendiéndolo en un disolvente orgáni-
co apropiado, ante todo en los residuos de destilación del oxo-pro-
ceso, para ser devuelto, en su caso, después de realizar la compensa-
ción de las pérdidas de cobalto sufridas, a la fase de la síntesis.

350

355 2ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos
primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fa
se de la síntesis; según reivindicación 1ª caracterizado por el he-
cho de que la adición del azufre ó de las combinaciones sulfúricas
se lleva a efecto en la fase de la síntesis.-

360

3ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos
primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fa
se de la síntesis; según reivindicación 1ª, caracterizado por el he

417914

- 14 -



cho de que la adición del azufre o de las combinaciones sulfúricas se lleva a efecto en la fase de la descobaltización.-

365 4ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fase de la síntesis; según reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado -- por el hecho de que la alimentación con azufre se efectúa en forma de una suspensión de la flor de azufre.-

370 5ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fase de la síntesis; según reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado -- por el hecho de que la adición del azufre se efectúa en forma de -- combinaciones de azufre inorgánicas.-

375 6ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fase de la síntesis; según reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado -- por el hecho de que la adición del azufre se efectúa en forma de -- combinaciones de azufre orgánicas.-

380 7ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fase de la síntesis; según reivindicaciones 1ª a 6ª, caracterizado -- por el hecho de que el tratamiento con vapor de agua del oxo-producto primario se realiza a temperaturas de 100 hasta 220 grados C con preferencia a 130 hasta 180°C, así como a unas presiones de 5 -- hasta 30 atms. con preferencia a 10 hasta 20 atms.-

390 8ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fase de la síntesis; según reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado -- por el hecho de que el producto de la reacción que se produce por el tratamiento con vapor de agua, es separado por medio de una centrifuga en una fase orgánica exenta de cobalto, una fase acuosa con contenido de sal cobáltica, así como en partes sólidas que preferentemente se componen de una distribución fina del metal cobáltico.

395 9ª.- Procedimiento para la separación de cobalto de los productos primarios de la oxo-síntesis y la reutilización del mismo en la fase

A

417914

- 15 -



400

se de la síntesis; según reivindicaciones de 1ª a 8ª, caracteriza do por el hecho de que las sales cobálticas que se presentan en la fase acuosa, se precipitan por medio de soluciones acuosas, hi dróxidos alcalinos o bien de carbonatos alcalinos en hidróxido - de cobalto o en carbonato de cobalto, para ser devueltas despues de la separación de la fase acuosa junto con las partes sólidas que contienen cobalto, como catalizador de la hidro-formilación, a la zona de la hidro-formilación.-

10ª.- " PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE COBALTO DE LOS PRODUC- TOS PRIMARIOS DE LA OXO-SINTESIS Y LA REUTILIZACION DEL MISMO EN LA FASE DE LA SINTESIS."

Consta la presente memoria descriptiva de quince hojas numeradas y mecanografiadas por una sola cara a las que se les acompañan un plano para su mejor comprensión.-

Madrid, 16 AGO. 1973

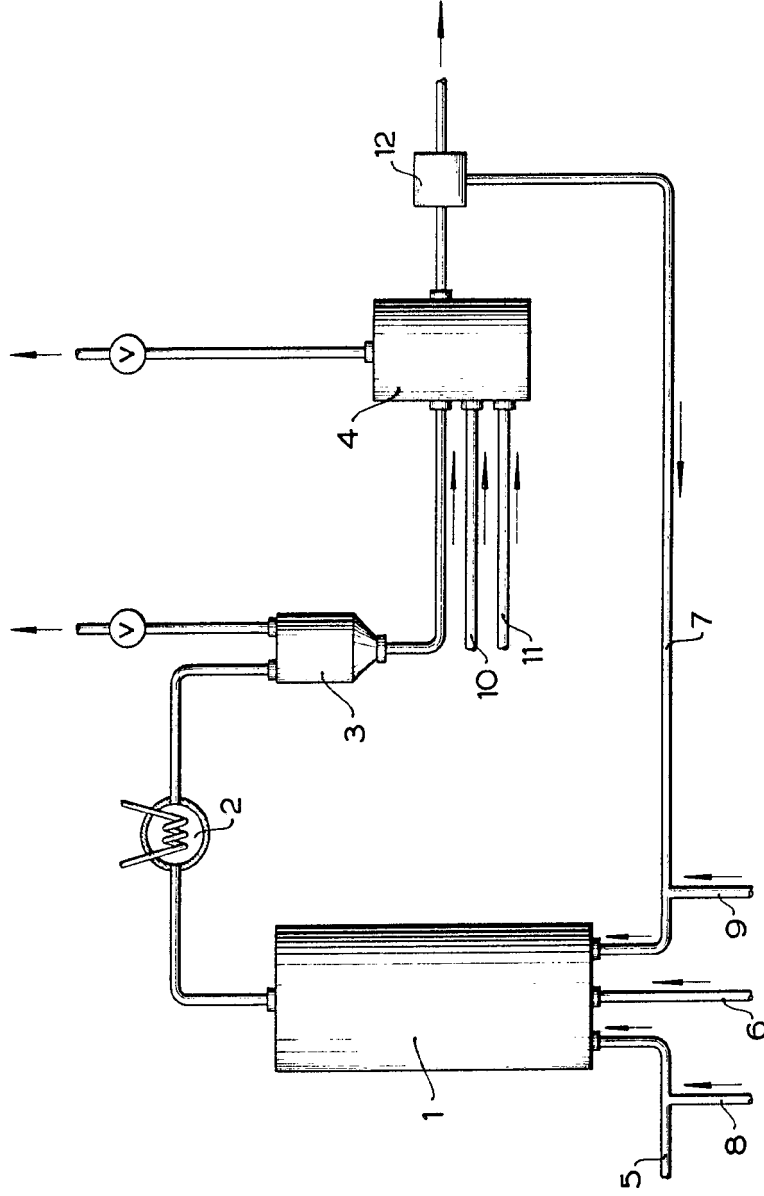
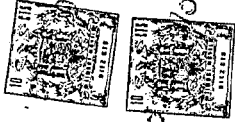
RODOLFO DE LA TORRE
P. P.

José Pérez Collado

A

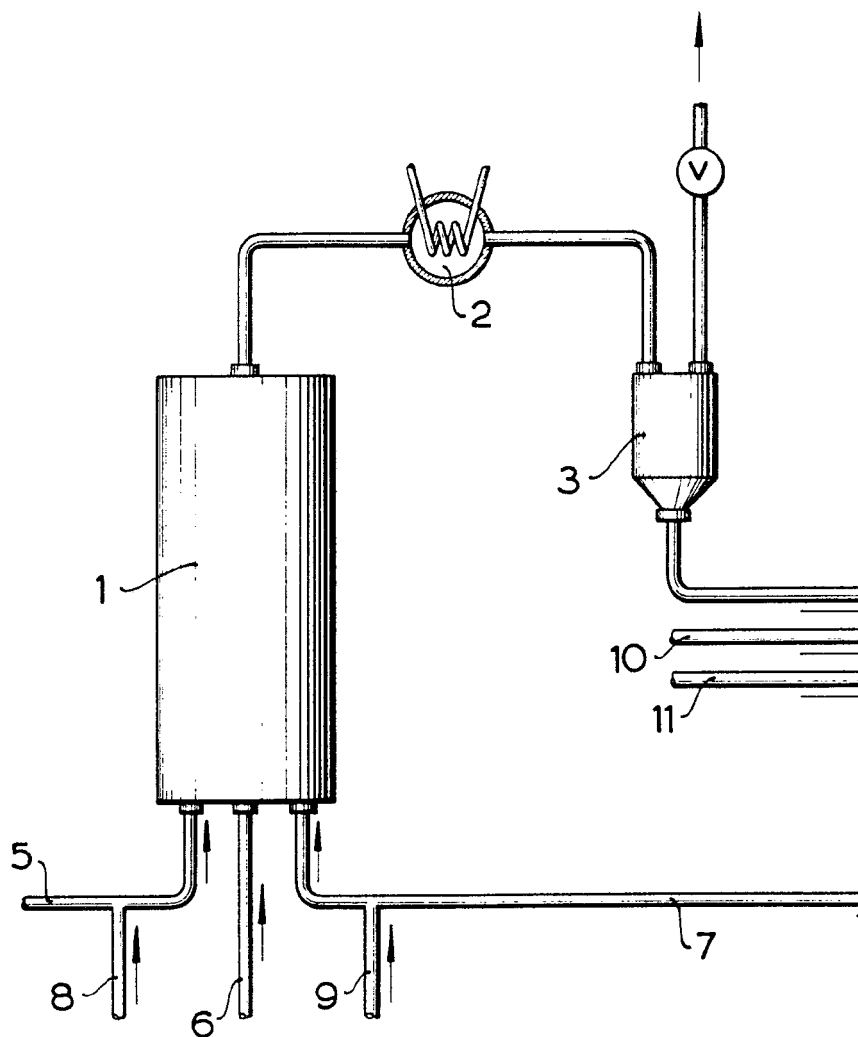
41791A

41791A

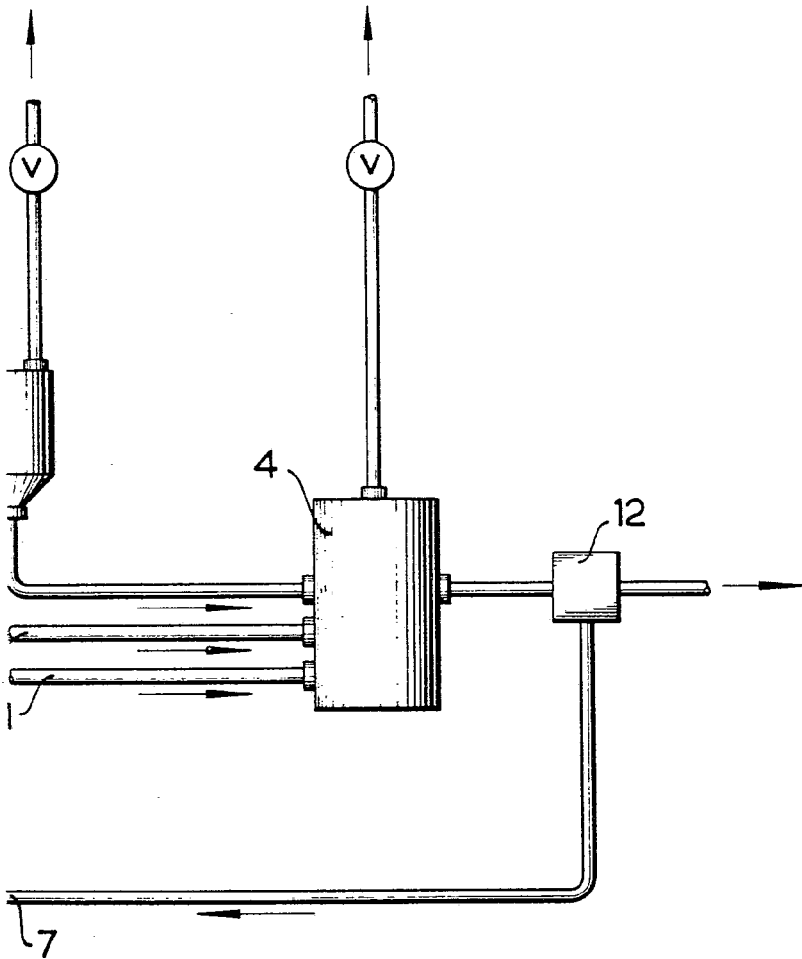


10 AGO 1917
 RODRIGUEZ DE LA TORRE
 P. E.
Rodríguez de la Torre
 ESCALA VARIABLE

417914



417034



10 AGO 1973

RODOLFO DE LA TORRE
R. P.

José Félix Conrado

ESCALA VARIABLE