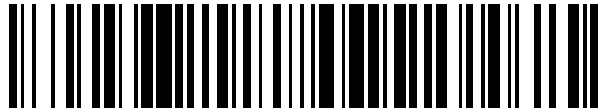


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 408 810**

51 Int. Cl.:

C10G 45/64 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.05.2002 E 02732741 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2013 EP 1390329**

54 Título: **Procedimiento para la producción de una parafina microcristalina**

30 Prioridad:

30.05.2001 DE 10126516

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

21.06.2013

73 Titular/es:

**SASOL WAX GMBH (100.0%)
WORTHAMM 13-27
20457 HAMBURG, DE**

72 Inventor/es:

**MATTHÄI, MICHAEL;
HILDEBRAND, GÜNTER;
SCHULZE-TRAUTMANN, HELMUTH y
BUTZ, THORSTEN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 408 810 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de una parafina microcristalina

5 La invención se refiere a un procedimiento para la producción de una parafina microcristalina.

Parafina microcristalina habitual, obtenida del petróleo (también conocida como microceras), se compone de una mezcla de hidrocarburos saturados, sólidos a la temperatura ambiente, con una distribución de la longitud de cadena de C₂₅ a C₈₀. Las parafinas microcristalinas contienen, junto a n-alcanos, iso-alcanos varias veces ramificados y cicloalcanos sustituidos con alquilo (naftenos), así como porciones – aún cuando por norma general pequeñas – de compuestos aromáticos. El contenido en iso-alcanos y en naftenos oscila entre 40 y 70%, determinado según el método de Ensayo Estándar para el Análisis de Ceras Hidrocarbonadas mediante Cromatografía de gases – EWF (EWF-Standard Test Method for Analysis of Hydrocarbonwax by Gaschromatography). El dominio cuantitativo de los iso-alcanos (y de los naftenos) condiciona su estructura microcristalina.

El intervalo de endurecimiento oscila entre 50 y 100°C según la norma DIN ISO 2207. La penetración de aguja presenta valores entre 2×10^{-1} y 160×10^{-1} mm según la norma DIN 51579. El punto de endurecimiento y la penetración de aguja se utilizan con el fin de diferenciar entre las parafinas microcristalinas entre parafinas microcristalinas plásticas y duras. Parafinas microcristalinas plásticas blandas (los denominados petrolatos) son fluidas con una capacidad de adherencia fuertemente acusada y presentan puntos de endurecimiento de 65 a 70°C y valores de penetración de 45 a 160×10^{-1} mm. Los contenidos en aceite oscilan entre 1 y 15%. Parafinas microcristalinas plásticas son fácilmente conformables y amasables y tienen puntos de endurecimiento entre 65 y 80°C y valores de penetración de 10 a 30×10^{-1} mm. Los contenidos en aceite pueden ascender hasta 5%. Las parafinas microcristalinas duras son duras y viscosas y poco adhesivas, con puntos de endurecimiento de 80 a 95°C y valores de penetración de 2 a 15×10^{-1} mm. Los contenidos en aceite ascienden a lo máximo al 2% (véase Ullmanns Enzyklopädie of Industrial Chemistry, VCH- Verlagsgesellschaft 1996).

Parafinas microcristalinas poseen una elevada masa molar y, con ello, altos puntos de ebullición. Hasta ahora se obtienen a partir de los residuos de la destilación en vacío del petróleo, en particular en la obtención de aceites lubricantes (ceras residuales) así como de secreciones del petróleo durante su explotación, su transporte y su almacenamiento, a saber en procedimientos tecnológicamente muy complejos y costosos con varias etapas, por ejemplo separación del asfalto, extracción con disolventes, separación de parafinas, separación de aceite y refinado. Las parafinas microcristalinas desaceitadas contienen como impureza compuestos de azufre, nitrógeno y oxígeno. Por consiguiente, no son del todo inodoras y presentan un color de amarillo oscuro a pardo oscuro. El refinado, por lo tanto necesario, tiene lugar en función del posterior uso mediante blanqueo (aplicaciones técnicas) o mediante hidro-refinado (aplicaciones en la industria alimentaria así como farmacéutica).

Parafinas microcristalinas se emplean predominantemente como componentes de mezcla en mezclas de parafinas o bien de ceras. El empleo tiene lugar, sin embargo, la mayoría de las veces en intervalos de hasta 5%. En tal caso, se deben aumentar ante todo la dureza y el punto de fusión de estas mezclas, así como mejorar la flexibilidad y capacidad de unión del aceite. Aplicaciones típicas son, por ejemplo, la preparación de ceras para la impregnación, revestimiento y forrado para la industria del envasado y textil, de pegamentos de sellado en caliente y de fusión, así como de productos farmacéuticos y cosméticos, incluida goma de mascar. Además, en el caso de masas de relleno y pez aislante, así como en general en el caso de plásticos, se utilizan, sin embargo, también en la industria de las velas, caucho vulcanizado y neumáticos, así como en productos de conservación, antideslizantes y anticorrosivos.

A partir del documento DE 69 418 388 T2 se describe una hidroisomerización de n-parafinas sólidas a la temperatura ambiente con más de 15 átomos de C utilizando un catalizador a base de un metal del grupo VIII, en particular platino, y un borosilicato con una estructura de zeolitas β para formar productos que son adecuados para la preparación de aceites lubricantes (**página 1**).

Concretamente, se mencionaron las siguientes zeolitas: zeolita omega, ZSN-5, zeolita X, zeolita Y, así como otras zeolitas.

En el documento DE 695 15 959 T2 se describe la hidroisomerización de materiales de partida con contenido en cera para formar productos que se adecuan para la preparación de aceites lubricantes. En tal caso, se aplica una

temperatura de 270° a 360°C y una presión de 500 a 1500 psi (libras por pulgada al cuadrado) o bien de 3,44 MPa a 10,36 MPa. El catalizador se basa en un componente metálico catalizador sobre un soporte de óxido de metal poroso y refractario (**véase la página 2, párrafo 1**), en particular en 0,1 a 5% en peso de platino sobre óxido de aluminio o zeolitas tales como, p. ej., ofretita, zeolita X, zeolita Y, ZSM-5, ZSM-2, etc. (**véase la página 3, centro**).

5 El material de partida a isomerizar puede ser cualquier cera o material con contenido en ceras, en particular también una cera de Fischer-Tropsch (**véase la página 5, centro**). El hidrógeno es aportado al reactor con una velocidad de 1.000 a 10.000 SCF/bbl, y la cera con 0,1 a 10 LHSV (**véase la página 6, centro**). El producto de isomerización es líquido (**véase la página 7, línea 7**). Puede fraccionarse mediante destilación o mediante tratamiento con disolventes, p. ej. con una mezcla de MEC (metil-etil-celulosa)/tolueno (**véase la página 7, último párrafo**).

10 Todo el producto líquido procedente de la instalación de isomerización es tratado ventajosamente en una segunda etapa en condiciones suaves utilizando el catalizador de isomerización a base de un metal noble del grupo VIII así como de un óxido de metal refractario, con el fin de reducir PNA y otras impurezas en el producto isomerizado y, por consiguiente, para proporcionar un aceite con una estabilidad mejorada frente a la luz del día (**véase página 8, párrafo 2**). Por condiciones suaves se han de entender: una temperatura en el intervalo de aproximadamente 170° a 270°C, una presión de aproximadamente 300 a 1.500 psi (2,18 MPa a 10,36 MPa), un caudal de gas hidrógeno de aproximadamente 500 a 1000 SCF/bbl y una velocidad de flujo de aproximadamente 0,25 a 10 vol/vol/h.

20 En el documento DE 38 72 851 T2 se describe la preparación de un combustible destilado medio a partir de una cera de parafina, en particular una cera FT (**véase la reivindicación 2**), en el que la cera es tratada con hidrógeno bajo condiciones de hidroisomerización en presencia de un determinado catalizador a base de un metal del grupo VIII, en particular platino (**reivindicación 12**) y óxido de aluminio en calidad de material de soporte, de modo que se obtiene un producto de destilado medio y un producto del fondo con un punto de ebullición inicial por encima de 371°C (**véase la reivindicación 1**), en particular una fracción de aceite lubricante con un bajo punto de fluencia (**véase la reivindicación 5**). La cera es aportada al reactor con una velocidad de 0,2 a 2 V/V. El hidrógeno es aportado al reactor con una velocidad de aproximadamente 0,089 a 2,67 m³ de H₂ por 1 l de cera. El catalizador tiene una influencia decisiva sobre la transformación. Si se basa en platino y en una zeolita β con un diámetro de poros de aproximadamente 0,7 nm, entonces no se observa la transformación deseada para formar un producto de destilado medio, en particular en el caso de una temperatura decreciente a 293,9°C (**véase el Ejemplo 3**).

A partir del documento WO 01/74969 A2 se conoce un procedimiento para la hidroisomerización de parafina FT con el empleo de un catalizador a base de una zeolita.

35 El documento US-A-4 419 220 describe la transformación de porciones de parafina en un producto de partida líquido mediante hidroisomerización y eventualmente craqueo para formar porciones líquidas. El catalizador empleado se basa en una zeolita β y en un metal del grupo VIII A. El documento EP 435619 A1 describe la transformación de parafina FT en un agente lubricante con un bajo punto de fusión mediante hidroisomerización. Se emplea un catalizador basado en titanio con un metal del grupo secundario VIII como componente de hidrogenización.

Frente a ello, la invención se ocupa de la misión de proporcionar un nuevo procedimiento para la preparación de una parafina microcristalina.

45 Este problema se resuelve con el objeto de la reivindicación 1. En este caso, se ha establecido que la parafina microcristalina sea preparada mediante hidroisomerización catalítica a temperaturas de 200°C-300°C a partir de parafinas obtenidas mediante síntesis de Fischer-Tropsch (parafinas FT) con una distribución en la longitud de la cadena de C en el intervalo de C₂₀ a C₁₀₅.

50 Sorprendentemente, se ha comprobado que una parafina microcristalina de este tipo está exenta de naftenos y compuestos aromáticos. Además, es sorprendente que, a pesar de la isomerización, se conserve una cristalinidad. Es posible una preparación continua con propiedades definidas. Se habilita un producto a designar como microcera en el intervalo de puntos de endurecimiento bajos y elevados. Puede llevarse a cabo una hidroisomerización catalítica continua o discontinua de parafinas de Fischer-Tropsch (parafinas FT). En relación con las parafinas FT como tales se ha de remitir, en particular, a las explicaciones de A. Kühnle en Fette, Seifen, Anstrichmittel, Año 84, páginas 156 y siguientes. "Fischer-Tropsch-Wachse Synthese, Struktur, Eigenschaften und Anwendungen". En resumen, en el caso de las parafinas FT se trata de parafinas que son preparadas según el procedimiento de Fischer-Tropsch por vía conocida a partir de gas de síntesis (CO y H₂) en presencia de un

catalizador a temperatura elevada. Representan la fracción de mayor punto de ebullición de la mezcla de hidrocarburos. En tal caso se forman en esencia alcanos de cadena larga y poco ramificados que están exentos de naftenos y compuestos aromáticos, así como de compuestos de oxígeno y azufre.

- 5 Parafinas FT de este tipo con una elevada proporción de n-parafinas y una longitud de cadena de C en el intervalo de C₂₀ a C₁₀₅ se transforman, según el procedimiento aquí descrito, en parafinas microcristalinas de alto punto de fusión con una elevada proporción de iso-parafinas.

10 La parafina microcristalina se puede preparar conforme al aspecto del procedimiento de la invención mediante isomerización catalítica, como sigue:

- A. Empleo de parafina FT como material de partida
 a) con una longitud de cadena de C en el intervalo de C₂₀ a C₁₀₅,
 b) preferiblemente con un punto de endurecimiento en el intervalo de 70 a 105°C, en particular aprox. 70, 80, 95 ó 105°C según la norma DIN ISO 2207,
 c) una penetración a 25°C de 1 a 15;
 d) una relación de iso- a n-alcanos de 1:5 a 1:11,
- 15
- B. Uso de un catalizador, preferiblemente en forma de productos extrudidos, esferas, tabletas, gránulos o polvos convenientemente a base de
 a) 0,1 a 2,0, en particular 0,4 a 1,0% en masa, referido al catalizador calcinado a 800°C, de metal hidrogenante del octavo grupo secundario, en particular platino, así como
 b) un material de soporte a base de una zeolita β con un diámetro de poros en el intervalo de 0,5 a 0,8 nm (5,0 a 8,0 Å),
- 20
- C. Aplicación de una temperatura del proceso de 230 a 270°C,
- 25
- D. Aplicación de una presión de 2,0 a 20,0, en particular de aprox. 3 a 8 MPa en presencia de hidrógeno y una relación de hidrógeno a parafina FT de 100:1 a 1000:1, en particular de aproximadamente 250:1 a 600:1 Nm³/m³.
- 30

Convenientemente, la carga del reactor con la parafina FT oscila en el intervalo de 0,1 a 2,0, en particular de 0,2 a 0,8 V/V. h (volumen de parafina FT por volumen del reactor en el espacio de una hora).

- 35 En rendimiento en productos isomerizados oscila entre 90 y 96% en masa, referido a la parafina FT empleada en cada caso. Los hidroisomerizados obtenidos contenían, en relación con alcanos de bajo punto de fusión, todavía alcanos en el intervalo de longitud de cadena de C ≤ C₂₀ hasta un 5% (por norma general hasta 3%). Estos alcanos pudieron separarse sin problemas mediante destilación en vacío con vapor de agua.

- 40 Preferiblemente, la hidroisomerización catalítica de las parafinas FT se lleva a cabo de forma continua en un reactor de flujo continuo con un catalizador fijamente dispuesto, en particular en forma de productos extrudidos, esferas o tabletas, en donde el reactor, cuando esté dispuesto verticalmente, como es preferido, puede ser recorrido tanto desde arriba hacia abajo como también desde abajo hacia arriba. Sin embargo el procedimiento también puede llevarse a cabo de forma discontinua, p. ej. en un autoclave con agitador en un procedimiento discontinuo, estando contenido el catalizador en una red permeable o estando incorporado de forma finamente distribuida en forma de granulado o polvo en la parafina FT. Los parámetros del proceso del procedimiento continuo así como del procedimiento discontinuo son los mismos.
- 45

Las parafinas microcristalinas obtenidas de acuerdo con la invención tienen las siguientes propiedades:

- 50 Comparadas con las parafinas FT empleadas, tienen puntos de endurecimiento más bajos y contienen, junto a n-alcanos, una elevada, en particular mayor proporción en peso de iso-alcanos que de n-alcanos. La proporción de n- o bien de iso-alcanos se determina mediante cromatografía de gases. El grado de isomerización incrementado, alcanzado mediante hidroisomerización, encuentra su expresión en valores de penetración elevados, en un grado de cristalización reducido y en una entalpía de fusión disminuida. Además, estos productos presentan una consistencia de pastosa a pegajosa y viscosa en un aspecto algo desmigajado.
- 55

El grado de cristalización se establece mediante un análisis por difracción de rayos X. Dicho grado designa la

proporción cristalina en el producto obtenido en relación con la proporción amorfa. Las porciones amorfas conducen a una difracción de rayos X distinta a la de las porciones cristalinas. La penetración de aguja a 25°C en el caso de los productos de acuerdo con la invención se encuentra en el intervalo de 20 a 160, medida según la norma DIN 51579. Los productos obtenidos son sólidos a 20°C, en el sentido de que no se difuminan.

5 La porción cristalina está reducida, en particular, como sigue: mientras que en el caso del material de partida se manifiesta una porción cristalina en una anchura de banda de 60 a 75%, en el caso del hidroisomerizado se ha de observar una anchura de 30 a 45%. En particular, en el intervalo de 35 a 40 (36, 37, 38, 39)%.

10 Las porciones cristalinas y las porciones amorfas vienen indicadas por el análisis por difracción de rayos X indicado en cada caso en % en masa.

15 Las parafinas microcristalinas, preparadas de acuerdo con la invención a partir de parafinas FT, tienen propiedades físicas y materiales que las asemejan o bien equiparan con las de parafinas microcristalinas sobre una base del petróleo (microceras).

20 Las parafinas microcristalinas preparadas mediante hidroisomerización catalítica también pueden ser desaceitadas con un disolvente. En este caso, no se explica sin embargo que los productos de hidroisomerización descritos presenten un contenido en aceite habitual. En todo caso, sin embargo, se separan n- o bien iso-alcános de cadena muy corta. En el caso de utilizar una mezcla de disolventes de dicloroetano : tolueno de 95 : 5 partes en volumen y una relación producto-disolvente de 1 : 3,6 partes a 22°C, se obtiene una parafina microcristalina desaceitada con un rendimiento de 80 a 90% en peso, referido al hidroisomerizado empleado. Tiene las siguientes propiedades:

- penetración de aguja: de 1×10^{-1} a 7×10^{-1} , en particular 3×10^{-1} a 6×10^{-1} mm, determinada según la norma DIN 51579,
- 25 - contenido en aceite: 1,0 a 2% en peso, en particular 1,2 a 1,6% en peso, determinado mediante MIBC (metil-isobutil-cetona) según la norma ASTM D 721/87 modificada
- punto de endurecimiento: aprox. 60 a aprox. 95°C, en particular 70 a 85°C, determinado según la norma DIN ISO 2207.

30 Mediante la separación del aceite se obtuvo por lo tanto a partir del producto de dureza media un producto duro si se compara con los tipos a base de petróleo. Entonces, el hidroisomerizado desaceitado es equiparable a los tipos más duros sobre una base de petróleo.

35 En virtud de sus propiedades, el hidroisomerizado microcristalino preparado de acuerdo con la invención, así como el correspondiente hidroisomerizado microcristalino desprovisto de aceite puede utilizarse como una microcera (véase la parte de introducción). En particular, el hidroisomerizado obtenido puede también ser oxidado. Se obtienen productos oxidados que se diferencian según el intervalo de fusión y el grado de oxidación y, ante todo, pueden emplearse como agente anti-corrosión y como agentes protectores de los espacios huecos y los bajos para vehículos automóviles. Además de ello, se utilizan en emulsiones, en forma de productos de conservación y agentes de separación y como aditivos para masas de color de papeles impresos y de papel carbono.

40 Los grupos ácido y éster, que están distribuidos estadísticamente por las cadenas hidrocarbonadas, pueden hacerse reaccionar con bases inorgánicas u orgánicas para formar formulaciones dispersables en agua (ceras de emulsión) y conducen a productos con una adherencia a metales muy buena.

45 Otros sectores de aplicación son la preparación de ceras de impregnación, revestimiento y forrado para la industria del envasado y textil, pegamentos de sellado en caliente y de fusión en calidad de componentes de la mezcla en velas y otros artículos de cera en mezclas de ceras para tizas de colores, productos de conservación del suelo y del automóvil así como para la técnica dental y la piroquímica.

50 Además, son componente de ceras fotoprotectoras para la industria del neumático, materiales aislantes eléctricos, de ceras estructurales y de modelo para la industria de fundición fina así como formulación de cera para la técnica de explosivos, munición y cargas propulsoras.

55 Además, productos de este tipo se adecuan como agentes de separación en el prensado de planchas de madera, de virutas y de fibras en la fabricación de piezas de material cerámico y, en virtud de su capacidad de retención, para la preparación de productos de conservación con contenido en disolvente, pastas de esmerilar y pulido así como agentes de mateado para pinturas.

Además, estos productos pueden emplearse para la formación de recetas de ceras para pegar, ceras para quesos, preparados cosméticos, bases de goma de mascar, masas de relleno y pez aislante, agentes plaguicidas susceptibles de ser pulverizados, vaselinas, registros para chimeneas artificiales, agentes deslizantes y pegamentos de fusión.

Un examen en cuanto a la autenticidad de los alimentos se efectúa, por ejemplo, según la norma FDA, § 175.250.

La invención se ha de explicar ahora con mayor detalle con ayuda de ejemplos.

Ejemplo 1:

Una parafina FT con un punto de endurecimiento a 97°C se isomerizó catalíticamente con hidrógeno a una presión de 5 MPa (50 bar), una temperatura de 270°C y una relación v/vh de 0,3. La hidroisomerización que se manifiesta se confirmó mediante índices en la Tabla 1.

El producto hidroisomerizado es blanco, inodoro y ligeramente pegajoso y se diferencia con ello claramente del producto de partida quebradizo-duro. La proporción de iso-alcano está incrementada aproximadamente en 6 veces, lo cual se confirma mediante el valor de penetración incrementado, la proporción cristalina reducida y la entalpía de fusión disminuida. La parafina microcristalina sintética, así preparada, se ha de clasificar, de manera correspondiente a sus valores característicos, entre una microcera plástica y una dura sobre la base del petróleo. Con el hidroisomerizado se obtuvo, por consiguiente, una parafina con una estructura microcristalina acusada, cuya longitud de la distribución de cadena de C con ayuda de los átomos de carbono de 23 a 91, corresponde aproximadamente a la del producto de partida con 27 a 95, pero precisamente desplazada hacia longitudes de cadena menores. La longitud de cadena se determinó mediante cromatografía de gases.

Ejemplo 2:

Una parafina FT con un punto de endurecimiento a 70°C se isomerizó catalíticamente con hidrógeno a una presión de 5 MPa (50 bar), una temperatura de 250°C y una relación v/vh de 0,3. La transformación estructural que se manifiesta se confirmó mediante los índices en la Tabla.

El producto hidroisomerizado es blanco e inodoro así como pastoso y ligeramente pegajoso. La proporción de iso-alcano está incrementada en aproximadamente 5 veces. El elevado grado de isomerización encuentra su expresión en el valor de penetración claramente incrementado, la proporción cristalina reducida y la entalpía de fusión disminuida. La parafina microcristalina, así obtenida, tiene una longitud de cadena de C similar, no obstante algo reducida, a la de la parafina FT, lo cual resulta claro con ayuda de los átomos de carbono: 23 a 42 en el caso del hidroisomerizado y 25 a 48 en el caso de la parafina FT. La parafina microcristalina sintética, así preparada, es equiparable de manera correspondiente a sus índices a una parafina microcristalina plástica blanda obtenida sobre la base del petróleo.

Los Ejemplos 1 y 2 demuestran que mediante el procedimiento de acuerdo con la invención, las parafinas FT, que se componen predominantemente de n-alcanos y presentan una estructura cristalina fina así como una consistencia quebradiza-duro fueron transformadas en parafinas no fluyentes, pastosas o sólidas que presentan temperaturas de fusión más bajas que los productos de partida. Estas parafinas se distinguen por un elevado contenido en alcanos ramificados y, como consecuencia de ello, presentan una estructura microcristalina con un grado de cristalización claramente reducido, así como una consistencia de plástica a ligeramente pegajosa. En el caso de los alcanos ramificados se trata predominantemente de metil-alcanos, apareciendo los grupos metilo preferiblemente en la posición 2, 3, 4 ó 5. En menor medida se formaron también alcanos ramificados varias veces con metilo.

Los resultados de los Ejemplos 1 y 2, comparados también con el producto de partida, están recopilados en la Tabla 1 adjunta.

Ejemplo 3:

Se empleó un catalizador (producto extrudido en forma de cilindro, diámetro 1,5 mm, longitud aprox. 5 mm) no desmenuzado. En el tubo del reactor (volumen total 172 ml, diámetro interno 22 mm) se incorporaron sin diluir 92

ml de catalizador. La zona del catalizador se revistió también con el material de tierra. Un termoelemento se dispuso en el reactor de manera que la temperatura fue medida a una profundidad de 2 cm y 17 cm de la carga de catalizador. Los catalizadores estaban secos y activados (mediante la elevada temperatura se expulsa agua y se reduce platino).

5 Como producto de partida de parafina se utilizó una parafina FT C80 (punto de endurecimiento 81°C, relación en masa n-/iso-parafinas: 93,9/6,1). El contenido en aceite del producto de partida ascendió a 0,5%. El valor de penetración de aguja era 6,0.

10 Los ensayos se llevaron a cabo a una presión de hidrógeno de 50 bar.

Se alcanzaron los siguientes resultados: a 260°C y 0,96 v/vh aumentó la proporción iso (% en masa) de 6,1 (parafina FT) a 42 (hidroisomerizado). El punto de endurecimiento era 77°C, el contenido en aceite era 18,8%. El valor de penetración de aguja era 32.

15 El catalizador era un catalizador de platino sobre zeolita β. A zeolitas β se apunta en la cita bibliográfica "Atlas of Zeolithe Structure-Typs" Elvesier cuarta edición revisada, 1996.

Los cromatogramas de gases obtenidos en este ejemplo se adjuntan como anejo.

20 A diferencia de las parafinas microcristalinas obtenidas a partir del petróleo, las parafinas microcristalinas totalmente sintéticas preparadas mediante la hidroisomerización de acuerdo con la invención, que contienen isoalcanos fuertemente ramificados, no contienen hidrocarburos cíclicos (naftenos) y, en particular, ningún compuesto aromático ni compuestos de azufre. Por consiguiente, corresponden a los requisitos de pureza más elevados establecidos para parafinas microcristalinas y, por consiguiente, están extraordinariamente predestinados para su empleo en la industria cosmética y farmacéutica así como para el envasado y la conservación en la industria alimentaria.

30

Tabla: Índices de materiales de partida y productos de reacción

Índices	Unidad	Método de medición	Ejemplo 1		Ejemplo 2	
			Parafina FT	Hidroisomerizado	Parafina FT	Hidroisomerizado
Punto de endurecimiento	° C	DIN ISO 2207	97,0	86,5	71,5	61,5
Penetración aguja a 25°C	0,1 mm	DIN 51579	2	42	13	98
Entalpía de fusión	l/g	ASTM D4419	221	127	195	120
Porciones cristalinas	% en masa	Análisis por difracción de rayos X	70,7	43,5	62,4	38,8
Relación ponderal n/iso-alcanos	%	Cromatografía de gases	88/12	37/63	91/9	43/57
Contenido en aceite (MIBC)	% en masa	ASTM D721/87 (modificado)	0,66	14,6	0,4	23,1

35

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la preparación de una parafina microcristalina mediante hidroisomerización catalítica, con
5 A. empleo de parafinas FT como material de partida con átomos de carbono en un intervalo de 20 a 105, y
B. uso de un catalizador, y
C. acción de presión en presencia de hidrógeno,
caracterizado por que se emplea un catalizador a base una zeolita β con un tamaño
de poros entre 0,50 y 0,80 nm en calidad de material de soporte y un metal del 8°
10 grupo secundario en calidad de componente activo, por que se trabaja a una temperatura del proceso de 200 a
300°C, una presión de 2 a 20 MPa y una relación de alimentación de hidrógeno a parafina FT de 100:1 a 1.000:1
Nm³ por m³.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la presión asciende a 3 hasta 8 MPa.
- 15 3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por una temperatura del proceso de 230 a
270°C.
- 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por una relación de alimentación de
20 hidrógeno a parafina FT de 250:1 a 600: 1 Nm³ por m³.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que se trabaja con una carga de 0,1 a
2,0 v/vh, preferiblemente 0,2 a 0,8 v/vh.
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que el catalizador presenta un tamaño
25 de poros entre 0,55 y 0,76 nm.
- 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que el catalizador presenta platino
como metal de hidrogenación.
- 30 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por que la proporción de platino del catalizador es de 0,1
a 2,0% en masa, preferiblemente de 0,4 a 1,0% en masa, referido al catalizador calcinado a 800°C.
- 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que la parafina FT se emplea en un
35 intervalo de puntos de endurecimiento de 70 a 105°C, preferiblemente con un punto de endurecimiento de 70, 80,
95 ó 105°C.

Cromatogramas de gases Ejemplo 3

