

MINISTÈRE DE LA PRODUCTION INDUSTRIELLE ET DES COMMUNICATIONS.

SERVICE DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 5.



N° 888.604

Procédé de fabrication de cire brillante dure à l'aide de paraffine synthétique provenant de l'hydrogénation de l'oxyde de carbone.

Firme : ERNST SCHLIEMANN'S EXPORT-CERESIN-FABRIK résidant en Allemagne.

Demandé le 26 novembre 1942, à 14^h 18^m, à Paris.

Délivré le 13 septembre 1943. — Publié le 17 décembre 1943.

La paraffine dure qu'on recueille dans la synthèse des hydrocarbures liquides par le procédé de Fischer et Tropsch en réduisant l'oxyde de carbone par l'hydrogène se compose de paraffines normales ainsi que d'hydrocarbures cérésiniformes à chaîne ramifiée. On a proposé de provoquer une séparation des paraffines à points de fusion différenciés en fractions ayant des points de fusion distincts en dissolvant la totalité de la matière dans de la benzine, puis en refroidissant progressivement la solution et en séparant par filtration ou centrifugation les fractions de paraffine précipitées ayant les points de fusion les plus élevés. Mais ce mode opératoire ne se prête pas à une réalisation satisfaisante dans l'hypothèse de paraffine synthétique dure pour la fabrication des cires brillantes dures. En effet, à cause de la structure cérésineuse des hydrocarbures, la matière qui se précipite à même la solution dans la benzine retient à la manière d'une éponge de notables quantités de benzine représentant 75 à 80 %. Or cette benzine renferme les parties les plus molles que la dissolution a extraites du reste de la masse. Il en résulte que, quand on sépare ensuite la benzine par distillation, ces parties les plus molles se retrouvent dans la fraction ayant les points de fusion les plus élevés, de sorte

qu'on obtient encore un produit mélangé.

On a découvert — et ceci est à la base de l'invention — qu'il est possible et avantageux de fabriquer la cire brillante dure en partant de la paraffine synthétique dure provenant de l'hydrogénation de l'oxyde de carbone en chauffant la matière dont on part à une température un peu supérieure au point de solidification au thermomètre rotatif, puis en filtrant le mélange non complètement fondu, en figeant le filtrat par refroidissement, puis en l'amenant à l'état de particules (par exemple d'écaillés ou paillettes) ayant une grande surface, ensuite en traitant ces particules à une température élevée pendant un temps prolongé (par exemple 4 heures) à l'aide de benzine légère, en séparant le solvant par voie mécanique, enfin en libérant le résidu du résidu de ce solvant.

Suivant un mode de réalisation de l'invention auquel il convient d'accorder la préférence, le refroidissement et la transformation sous la forme d'écaillés ou paillettes sont opérés en déversant le filtrat sur un rouleau ou tambour refroidi. L'extraction des paillettes est effectuée rationnellement à l'aide de benzine légère et en contre-courant.

Exemple de réalisation. — 1.000 kilos de paraffine synthétique dure obtenue en

Prix du fascicule : 15 francs.

partant d'oxyde de carbone et d'hydrogène par le procédé de Fischer et Tropsch et ayant au thermomètre rotatif un point de solidification de 92° (alors que la température à laquelle à l'état fondu la matière est nettement transparente en nappe épaisse est de 110°) sont chauffés de quelques degrés au-dessus de leur point de solidification, à savoir à 94°. Cet échauffement peut être lent et s'opérer en une nuit, de façon que seules les parties capables de fondre le plus facilement soient amenées à l'état de fusion alors que celles qui fondent à des températures plus élevées demeurent dans la masse sous la forme de petits flocons. Le mélange non complètement fondu est alors filtré, par exemple dans un filtre-pressé ou dans des entonnoirs filtrants, chauffés tout en maintenant la température d'échauffement aussi exactement que possible à 94°. Le filtrat est ensuite refroidi, rationnellement, en le déversant sur un rouleau ou tambour réfrigéré duquel il tombe sous la forme de paillettes, c'est-à-dire de particules ayant une grande surface. Ces particules ou paillettes sont alors traitées à la température ordinaire (avantageusement en contre-courant) à l'aide de benzine légère à 0,700, par exemple dans un appareil d'extraction fonctionnant en contre-courant. La durée de contact dépend de la matière traitée et représente par exemple 4 heures. Pendant cette durée de traitement, les parties qui fondent le plus facilement sont absorbées par la benzine. Si maintenant on sépare le solvant du résidu, on obtient après la séparation du reliquat de benzine par distillation 435 kilos d'une cire brillante dure ayant un point de solidification de 85°, tandis que l'extrait donne après séparation de la benzine par distillation 510 kilos d'une paraffine molle ayant un point de solidification de 58°.

Suivant la présente invention, on peut donc éliminer tout d'abord par un procédé combiné la partie ayant la plus haute température de fusion par une fusion incomplète à température élevée, puis en opérant à température plus basse et après un pro-

cessus de dissolution et de digestion extraire les parties fondant à plus basse température, de telle sorte que la cire brillante dure qu'on recueille ne soit pas souillée par des fractions secondaires. On sait à cet égard que les parties à bas point de fusion qui restent dans la cire dure obtenue par le procédé connu se révèlent comme très gênantes au cours de l'emploi de cette cire. En outre, quand on opère par ce procédé connu, la fraction moyenne capte toujours de petites quantités des parties à point de fusion élevé, de sorte que la température à laquelle la cire fondue est transparente en nappe épaisse dépasse 100°, ce qui diminue fortement le domaine d'utilisation. La cire brillante dure obtenue par le présent procédé peut, de façon d'ailleurs connue en soi, être éclaircie au moyen de terre à blanchir ou d'autres agents d'adsorption. Le produit convient avantageusement pour la fabrication des encastiques ou des crèmes ou cirages pour l'entretien des souliers, meubles, etc., car il permet l'obtention de revêtements ou enduits durs et brillants.

RÉSUMÉ.

Procédé de fabrication de cire brillante dure en partant de paraffine synthétique dure provenant de l'hydrogénation de l'oxyde de carbone, caractérisé en ce qu'on chauffe la matière dont on part à une température légèrement supérieure au point de solidification au thermomètre rotatif, puis on filtre le mélange non complètement fondu, on fige le filtrat par refroidissement, on l'amène en particules ayant une grande surface (par exemple en paillettes) qu'on traite ensuite à la température ordinaire pendant un temps prolongé (4 heures par exemple) à l'aide de benzine légère, après quoi on sépare le solvant par voie mécanique, et on libère finalement le résidu du reliquat du solvant.

Firme : ERNST SCHLIEMANN'S EXPORT —
GERESIN — FABRIK.

Par procuration :
MAULVAULT.