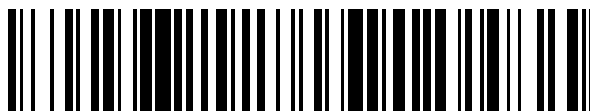


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 441 371**

51 Int. Cl.:

**C10G 45/46** (2006.01)

**C10G 45/48** (2006.01)

**C10G 45/44** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.02.2010 E 10001605 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2013 EP 2357219**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de aceites de proceso nafténicos mediante hidrogenación**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**04.02.2014**

73 Titular/es:

**KLAUS DAHLEKE KG (100.0%)  
Am Sandtorkai 64  
20457 Hamburg, DE**

72 Inventor/es:

**HANSEN, NILS**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 441 371 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 preparación de aceites de proceso nafténicos mediante hidrogenación.

- 5 Es objetivo de la invención un procedimiento para la preparación de aceites de proceso nafténicos con una alta proporción de hidrocarburos nafténicos y un contenido de compuestos aromáticos policíclicos inferior al 3 % en peso según IP 346.

10 Por aceites de proceso se entiende generalmente mezclas de hidrocarburos que ebulen en el intervalo de aceites lubricantes, sin embargo se usan habitualmente no como y tampoco no en relación con aceites lubricantes. Los aceites de proceso se obtienen en el refinado de petróleo. El crudo se somete a una destilación atmosférica, separándose todos los productos que ebulen a presión normal hasta aproximadamente 350 °C. Como residuo tras la separación por destilación se obtiene una mezcla de betún, asfaltos, ceras y aceites pesados. Los aceites pesados se transforman en distintos productos, además de los aceites lubricantes también en los aceites de proceso  
15 que se usan preferentemente como plastificantes.

Los aceites de proceso se diferencian a este respecto dependiendo de su contenido de átomos de carbono aromáticos ( $C_A$ ), átomos de carbono nafténicos ( $C_N$ ) y átomos de carbono parafínicos ( $C_P$ ), medido según la norma ASTM D 2140. Los aceites de proceso aromáticos presentan parcialmente cantidades indeseadamente grandes de compuestos aromáticos policíclicos (PCA). Por compuestos aromáticos policíclicos se entiende compuestos con más de 2 núcleos de compuesto aromático condensados. Dado que los compuestos aromáticos policíclicos, tales como el benzo[a]pireno, están bajo sospecha de ser cancerígenos, se han usado ya en el pasado aceites de proceso con alto contenido de PCA tan sólo de manera limitada.

- 25 De acuerdo con la directiva europea 769/76, complementada por la directiva 69/2005 del 16 de noviembre de 2005, es tan sólo admisible un uso de aceites de proceso, siempre que éstos presenten un contenido de compuestos aromáticos policíclicos inferior al 3 % en peso, medido según el procedimiento IP 346.

30 Además de los aceites de proceso con altos contenidos aromáticos existe otro grupo de aceites de proceso frecuentemente usados, los aceites nafténicos. Los aceites nafténicos se caracterizan por un alto grado de cicloalcanos, sin embargo pueden presentar un contenido más alto en compuestos de hidrocarburo aromáticos que aceites parafínicos. De manera correspondiente, los aceites nafténicos muestran mejores propiedades de disolución frente a caucho que aceites parafínicos y pueden procesarse mejor. Los aceites de proceso nafténicos para especialidades farmacéuticas no presentan habitualmente o presentan sólo una proporción muy baja de compuestos  
35 aromáticos.

Los aceites de proceso correspondientes, que presentan aún un contenido de compuestos aromáticos policíclicos superiores al 3 % en peso según IP 346, deben de ahora en adelante o bien eliminarse como residuos tóxicos o pueden adjudicarse a lo sumo al aceite combustible, estando acompañada la combustión del inconveniente de que durante la combustión del aceite combustible se producen emisiones de azufres más altas. Debido a la legislación modificada ya no pueden adjudicarse de ahora en adelante al aceite combustible, por tanto, tales productos para la reducción de la emisión de azufre. Una combustión es a lo sumo aún admisible en instalaciones con filtros especiales. Además se producen también en la producción de aceites de proceso con un bajo contenido de compuestos aromáticos policíclicos, tales como por ejemplo los aceites de proceso TDAE y MES, residuos de extracción con un alto contenido de PCA. También éstos deben eliminarse de ahora en adelante o adjudicarse al aceite combustible.

Una posibilidad de obtener aceites de proceso con un bajo contenido de compuestos aromáticos policíclicos es extraer de nuevo un extracto primario que se obtiene mediante extracción de un destilado de aceite lubricante que procede de aceite mineral. Un procedimiento de este tipo se describe en el documento EP 0 417 980 B1. El aceite de proceso obtenido a este respecto, por ejemplo TDAE, presenta un contenido de compuestos aromáticos policíclicos que es más bajo del 3 % en peso según IP 346. Sin embargo es desventajoso de este procedimiento que como extracto secundario, es decir como "fase inferior" que rebosa de la segunda columna de extracción, se obtiene un producto con una alta concentración de compuestos aromáticos policíclicos de hasta el 15 o incluso por encima  
50 del 20 % en peso.

Por el documento US 4.521.296 A se conoce un procedimiento para la preparación de un aceite para grupos refrigeradores a partir de un crudo nafténico de calidad inferior. Según esto se somete un destilado a vacío en primer lugar a una extracción para ajustar de manera dirigida la proporción de hidrocarburos aromáticos. El extracto así  
60 obtenido se hidrogena entonces para disminuir adicionalmente el contenido de compuestos aromáticos policíclicos.

El documento US 5.091.007 describe igualmente aceites de proceso con hidrocarburos nafténicos y aromáticos. Los aceites de proceso dados a conocer tienen a este respecto una proporción de hidrocarburos nafténicos entre el 30 % y el 40% en peso. Preferentemente se usan estos aceites de proceso como plastificantes para cauchos naturales o sintéticos o como aditivo para tintas de impresión.  
65

Otro aceite de proceso con una proporción muy alta de hidrocarburos aromáticos se conoce por el documento WO 92/14779 A1. Este aceite de proceso contiene una proporción de hidrocarburos aromáticos entre el 30 % y el 55 % en peso. El aceite de proceso se usa como plastificante en cauchos y como aceite diluyente.

- 5 También en el documento US 2005/272850 A1 se describe un aceite plastificante para cauchos. Este aceite plastificante se combina de manera costosa mediante mezclado de un aceite base parafínico y de un aceite base nafténico, que se sometieron ambos previamente a un hidrot ratamiento.

10 El documento EP 0 214 717 A1 describe adicionalmente un procedimiento de hidrogenación, en el que se someten aceites de proceso a una hidrogenación, para reducir el contenido de hidrocarburos aromáticos policíclicos.

15 Por tanto, objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento que permita un reprocesamiento de los residuos de procedimiento con alta proporción de PCA, debiendo estar libres de identificación los aceites de proceso obtenidos, es decir debiendo presentar un contenido de PCA inferior al 3 % en peso, determinado según IP 346. El procedimiento debe permitir un aprovechamiento respetuoso con el medio ambiente del DAE obligatorio de identificación, de los extractos secundarios y de los residuos de extracción de la obtención de otros aceites de proceso. Además, los aceites de proceso obtenidos deben ser cualitativamente de alta calidad de modo que satisfagan los requerimientos convencionales de los aceites de proceso habituales, por ejemplo como plastificantes o aceite diluyente en cauchos o mezclas de caucho, como aceites en tintas de impresión, como aceites para transformadores o como materia prima para la preparación de aceites de alta calidad, por ejemplo de TDAE, y/o como aceites para el mecanizado de metales.

25 El objetivo se soluciona de acuerdo con la invención mediante un procedimiento para la preparación de aceites de proceso nafténicos que presentan una distribución de carbono  $C_A$  con respecto a  $C_N$  con respecto a  $C_P$  del 0 % al 30 % en peso con respecto a del 45 % al 65 % en peso con respecto a del 20 % al 55 % en peso, determinada según la norma ASTM D 2140, y un contenido de compuestos aromáticos policíclicos (PCA) inferior al 3 % en peso según IP346,

30 caracterizado por que un producto de partida de aceite de proceso, que presenta un contenido de compuestos aromáticos policíclicos de al menos el 3 % en peso, determinado según IP 346, y una proporción de átomos de hidrocarburos nafténicos  $C_N \leq 25$  % en peso, se hidrogena usando un catalizador metálico con hidrógeno a temperaturas de 200 °C a 400 °C y presiones de 8000 a 25.000 kPa y

- 35 a) el producto de partida de aceite de proceso usado es un extracto secundario de la preparación de TDAE o MES,  
b) el producto de partida de aceite de proceso usado es un OAE o  
c) el producto de partida de aceite de proceso usado es una mezcla de extracto secundario y DAE.

40 Otras formas de realización son objetivo de las reivindicaciones dependientes o se describen a continuación.

Para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención se conduce un producto de partida de aceite de proceso con hidrógeno en las condiciones mencionadas a través de un catalizador metálico.

45 Como catalizador se usan preferentemente catalizadores de metales de transición sobre un soporte. Ciertos catalizadores metálicos preferentes son catalizadores de cobalto, níquel, molibdeno, cromo, vanadio, níquel-molibdeno, catalizadores de cromo-vanadio, óxidos metálicos, sulfuros metálicos o combinaciones de los mismos. Como sustancias de soporte han dado buen resultado las sustancias habituales en la técnica tales como por ejemplo óxido de aluminio o zeolita. Básicamente pueden usarse catalizadores de hidrogenación habituales para la hidrogenación.

50 La hidrogenación se realiza preferentemente a temperaturas de 250 °C a 400 °C, de manera especialmente preferente de 300 °C a 375 °C. El reactor se hace funcionar preferentemente con una presión de 8.000 a 20.000 kPa. La hidrogenación se realiza preferentemente con un tiempo de permanencia promedio de 6 a 60 min.

55 Con la realización del procedimiento de acuerdo con la invención se obtienen aceites de proceso, que presentan una proporción de átomos de hidrocarburos nafténicos de  $C_N$  del 30 % al 65 % en peso, determinada según la norma ASTM D 2140. Sorprendentemente pueden obtenerse con el procedimiento de acuerdo con la invención aceites de proceso cuyo contenido de  $C_N$  es  $> 40$  ó 45 % en peso, véase la norma ASTM D 2140. Según el criterio que impera hasta ahora y correspondientemente la norma ASTM D 2140 es posible en aceites de proceso como máximo un contenido del 45 % en peso de átomos de hidrocarburos nafténicos. Los aceites de proceso obtenidos presentan además un contenido inferior al 3 % en peso de compuestos aromáticos policíclicos, determinado según IP 346.

60 Como producto de partida para la hidrogenación se usan productos de partida de aceite de proceso que presentan un contenido de compuestos aromáticos policíclicos de  $> 3$  % en peso, determinado según IP 346, preferentemente un contenido de compuestos aromáticos policíclicos del 10 % al 30% en peso. Los productos de partida de aceite de

proceso adecuados de este tipo son por ejemplo los extractos secundarios que se producen en la preparación de TDAE o MES. Un procedimiento de este tipo se conoce por el documento EP 0 417 980 B1. El extracto secundario obtenido allí puede usarse como materia prima para el procedimiento de acuerdo con la invención. Mediante la elección del producto de partida y eventualmente mezcla de distintos extractos de partida pueden conseguirse de manera dirigida determinadas distribuciones de hidrocarburos de los productos. Igualmente, DAE (*Destillate Aromatic Extract*, extracto aromático destilado) es un producto de partida adecuado para el procedimiento de acuerdo con la invención.

Para la obtención de un TDAE convencional se somete habitualmente crudo a una destilación atmosférica para la separación de gas, nafta y fracciones de queroseno. El residuo atmosférico se separa en una destilación a vacío en un residuo a vacío y uno o varios destilados. El destilado se separa a continuación en una extracción con un disolvente adecuado en un producto refinado y un extracto (extracto primario), el DAE. A partir del producto refinado se obtienen aceite base y ceras. Una segunda extracción del extracto primario proporciona el TDAE, pudiéndose obtener con la elección adecuada de las condiciones de reacción un aceite de proceso que presenta un contenido de compuestos aromáticos policíclicos  $\leq 3\%$  en peso. Además se produce en la segunda extracción otro extracto, el extracto secundario.

Como producto de partida para el procedimiento de preparación de acuerdo con la invención de preparación de aceites de proceso es adecuado también DAE (*Destillate Aromatic Extract*, extracto aromático destilado). En caso de DAE se trata de aceites de proceso altamente aromáticos. Ciertos ejemplos de DAE son los productos que pueden obtenerse en la Klaus Dahleke KG

**Tudalen<sup>®</sup>65** ( $C_A = 40\%$  en peso,  $C_N = 25\%$  en peso,  $C_P = 35\%$  en peso,  $PCA$  según IP346>  
15 % en peso)

**Tudalen<sup>®</sup>81** ( $C_A = 43\%$  en peso,  $C_N = 24\%$  en peso,  $C_P = 33\%$  en peso,  $PCA$  según IP346>  
15 % en peso)

Los aceites de proceso nafténicos pueden obtenerse mediante el procedimiento de acuerdo con la invención en altos rendimientos. Por ejemplo pudo obtenerse con la hidrogenación de DAE altos rendimientos de hasta el 100 %. Ya no se producen con la conducción de procedimiento correspondiente aceites de proceso contaminantes, obligatorios de identificación. Más bien pueden obtenerse por medio del procedimiento de acuerdo con la invención aceites de proceso libres de identificación, nafténicos a partir del DAE obligatorio de identificación y preocupante de manera técnica medioambiental.

En una forma de realización del procedimiento se usa una mezcla de productos de partida de DAE y extracto secundario. Se ha mostrado que mediante la elección de la mezcla de productos de partida puede ajustarse el punto de transición vítrea  $T_g$  de los aceites de proceso. Sorprendentemente, los aceites de proceso preparados a partir de una mezcla de DAE/extracto secundario de acuerdo con la invención presentan distintas  $T_g$  con igual contenido de  $C_A$ , dependiendo de la mezcla de partida. La  $T_g$  puede variarse a este respecto por ejemplo entre  $-52\text{ }^\circ\text{C}$  -  $+45\text{ }^\circ\text{C}$ . Preferentemente se usan mezclas del 75 % con respecto al 25 % al 25 % con respecto al 75 % de extracto secundario con respecto a DAE. Mediante la elección de un aceite de proceso con una determinada temperatura de transición vítrea es posible un control de las propiedades dinámicas del producto de caucho posterior.

Por consiguiente, el procedimiento de acuerdo con la invención permite convertir un producto de partida de aceite de proceso, que tiene un alto contenido de compuestos aromáticos policíclicos y por consiguiente ya no puede comercializarse de acuerdo con la directiva de UE así como que es preocupante de toda formas desde el punto de vista sanitario y referente a la política medioambiental, en un producto de alta calidad. Además pueden alimentarse las sustancias de partida así a otro uso y ya no deben añadirse al aceite combustible. Evitando el aceite combustible se reduce por tanto también la emisión de  $\text{CO}_2$ . Sorprendentemente muestra a este respecto el aceite de proceso nafténico obtenido, a pesar del bajo contenido de  $PCA$ , dependiendo de las condiciones de reacción aún un alto contenido de átomos de hidrocarburos aromáticos  $C_A$ , que se encuentra preferentemente entre el 0 % y el 30 % en peso, determinado según la norma ASTM D 2140. Preferentemente se encuentra la suma de  $C_A$  y  $C_N$  entre 50 y 70. Un alto contenido de compuestos de hidrocarburo aromáticos en el aceite de proceso mejora la resistencia al deslizamiento en húmedo de un neumático de coche y el comportamiento de conducción en curva también sobre carretera seca, un alto contenido de  $C_N$  del aceite de proceso mejora la resistencia a la rodadura de un neumático de coche.

El aceite de proceso preparado de acuerdo con la invención se usa como plastificante o aceite diluyente para cauchos y mezclas de caucho, que se basan en cauchos naturales y sintéticos o elastómeros termoplásticos. Igualmente puede usarse como materia prima para aceites blancos médicos o técnicos, como aceite para tintas de impresión, por ejemplo para tintas de color y negras en la impresión de periódicos, aceite para transformadores, agentes de separación en la protección de construcciones o aceite para el mecanizado de metal especial, también se usa en la preparación de grasas industriales. De manera especialmente preferente se usa el aceite de proceso

preparado de acuerdo con la invención como plastificante en neumáticos o productos de goma técnicos, como aceite blanco o como aceite para el mecanizado de metal, por ejemplo durante el estirado de alambre de cobre.

5 Cuando como producto de partida para el procedimiento de acuerdo con la invención se usa DAE, se usan los aceites de proceso preparados de acuerdo con la invención preferentemente como de proceso o aceite diluyente para cauchos o mezclas de caucho, que se basan en cauchos naturales y sintéticos, de manera especialmente preferente neumáticos.

10 El procedimiento de acuerdo con la invención se explica a modo de ejemplo por medio de las figuras. Muestra: la figura 1: un diagrama de flujo del procedimiento de extracción conocido por el estado de la técnica para la preparación de TDAE y MES.

La figura 2: un diagrama de flujo de una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención.

La figura 3: un diagrama de flujo de otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención.

15 La figura 1 muestra la segunda etapa de extracción de la extracción convencional para la preparación de TDAE o MES. A una columna de extracción 1 se alimenta a este respecto el extracto primario 2. El extracto primario es una mezcla de distintos compuestos de hidrocarburo, entre ellos compuestos de hidrocarburos aromáticos y compuestos aromáticos policíclicos. Al mismo tiempo se proporciona a través de la conducción 3 disolvente en la columna de extracción. De la cabeza de la columna se extrae el producto refinado 4, por ejemplo un TDAE o MES. Al mismo tiempo se extrae del fondo de la columna un extracto secundario 5 que contiene una alta proporción de compuestos aromáticos policíclicos.

25 En la figura 2 puede distinguirse el desarrollo del procedimiento de acuerdo con la invención. Un aceite de proceso 5 con una alta proporción de compuestos aromáticos policíclicos, tal como se obtiene por ejemplo del procedimiento mostrado en la figura 1, se alimenta a un reactor de hidrogenación 6 y allí se hidrogena con hidrógeno. Del reactor de hidrogenación 6 se extraen un aceite de proceso nafténico 7 y un aceite de destilación 8. El aceite de proceso nafténico 7 tiene un contenido de PCA inferior al 3 % en peso. En una forma de realización menos preferente puede realizarse el procedimiento también de modo que se obtienen productos finales con un contenido relativamente alto de compuestos aromáticos, cuyo contenido de PCA de acuerdo con IP 346 puede ser > 3 % en peso. Estas fracciones altamente aromáticas relativamente pueden añadirse a través de la conducción 9 al extracto primario 2 o como alternativa pueden añadirse en la columna de extracción 1 y son adecuadas como materia prima para la preparación de aceites de proceso libres de identificación tanto solas como en mezcla con extracto primario.

35 La figura 3 muestra la obtención de un aceite de proceso nafténico 7 mediante hidrogenación directa de un extracto primario 2 en un reactor de hidrogenación 6. Además del aceite de proceso nafténico 7 se produce un aceite de destilación 8. Un crudo 10 se somete a una destilación atmosférica 11. El residuo atmosférico 12 obtenido a este respecto se trata posteriormente exclusivamente en una destilación a vacío 13. A este respecto se obtienen un destilado 14 y un residuo a vacío 15. El destilado 14 se separa en una columna de extracción 16 en el extracto primario 2 y un producto refinado 17.

40

### Ejemplos:

Ejemplo 1

45 Un extracto secundario con un contenido de compuestos aromáticos policíclicos del 45 % en peso según IP 346 y contenido de C<sub>N</sub> del 22 % en peso y un contenido de C<sub>p</sub> del 23 % en peso se añadieron en un reactor de hidrogenación a una temperatura de 340 °C y una presión de 20.000 kPa con hidrógeno. El reactor contenía un catalizador de níquel-molibdeno (Axens HR548 de Evonik). La hidrogenación se realizó con un tiempo de permanencia promedio de 25 min. Se obtuvieron un 94 % de aceite de proceso nafténico y un 6 % de aceite de destilación.

50

El aceite de proceso nafténico obtenido presentaba las propiedades indicadas en la tabla 1.

Tabla 1: Propiedades del aceite de proceso nafténico obtenido del ejemplo 1

	Propiedades del aceite de proceso de acuerdo con el ejemplo
Benz[a]pireno [ppm]	< 1
Suma de PAH [ppm] de acuerdo con RL 2005/69 EC	<10
Viscosidad a 40 °C [mm <sup>2</sup> /s]	612
Viscosidad a 100 °C [mm <sup>2</sup> /s]	39
C <sub>A</sub> según la norma ASTM D 2140 [% en peso]	3
C <sub>N</sub> según la norma ASTM D 2140 [% en peso]	57
C <sub>p</sub> según la norma ASTM D 2140 [% en peso]	40
punto de anilina [°C]	93

Ejemplo 2

Se compararon además las propiedades de distintos productos que se obtienen por medio del procedimiento de acuerdo con la invención con aquéllas de un aceite de proceso convencional TDAE. La tabla 2 muestra una comparación de las distintas condiciones de preparación y datos de tres productos preparados de acuerdo con la invención (productos de hidrogenación) en comparación con un TDAE. Los productos de hidrogenación se prepararon de manera análoga al ejemplo descrito anteriormente. La mezcla de extracto primario con respecto a extracto secundario asciende a este respecto a 50 : 50.

10 Tabla 2: Condiciones de preparación y propiedades de los aceites de proceso preparados de acuerdo con la invención y de un aceite de proceso comparativo

Procedimiento de determinación		Vivatec <sup>®</sup> 500 (TDAE)	Productos de hidrogenación de extracto primario (DAE)	Productos de hidrogenación de mezcla de extracto primario y secundario	Productos de hidrogenación de extracto secundario
<b>Catalizador</b>			Axens HR 548A1024	Axens HR 548A1024	Axens HR 548A1024
<b>Temperatura de reactor [°C]</b>			310	330	350
<b>Presión [kPa]</b>			20000	20000	20000
<b>Tiempo de permanencia</b>			18	18	16
<b>Extracto de DMSO [%]</b>	IP 346	2,6	2,8	2,9	2,8
<b>Benzo-(a)-pireno [ppm]</b>	CG-EM	0,4	0,3	0,1	0,5
<b>Suma de PAH [ppm]</b>	CG-EM	5,7	2,5	3,1	4,2
<b>Viscosidad 100 °C [mm<sup>2</sup>/s]</b>	DIN 51562 T. 1	21,1	19,1	12,6	20,8
<b>Azufre [%]</b>	DIN EN ISO 14596	1,03	0,15	0,12	0,10
<b>CA [%]</b>	DIN 51378	25	24	25	24
<b>CN [%]</b>	DIN 51378	30	33	42	48
<b>CP [%]</b>	DIN 51378	45	44	33	28
<b>AP [°C]</b>	DIN ISO 2977	70	70	64	61

Los aceites de proceso obtenidos se incorporaron en materiales compuestos (mezclas de caucho). La composición de los materiales compuestos resulta de la tabla 3.

15 Tabla 3: Composición de los materiales compuestos

Material bruto	Producto, fabricante	Comparación	Ejemplo 2a	Ejemplo 2b	Ejemplo 2c
Buna VSL 5025-0 HM	SSBR, Lanxess	70	70	70	70
Buna CB 24	NdBR, Lanxess	30	30	30	30
Ultrasil 7000 GR	Sílice, Evonik	80	80	80	80
SI 75	Silano, Evonik	5,8	5,8	5,8	5,8
Corax N 234	Hollín, Evonik	10	10	10	10
Vulkanox 4020/LG	6PPD, Lanxess	1	1	1	1
Vulkanox HS/LG	TMQ, Lanxess	1	1	1	1
Óxido de zinc sello rojo	ZnO, Grillo	3	3	3	3
Ácido esteárico		1	1	1	1
Vulkacit D/C	Sulfenamida, Lan-xess	2	2	2	2
Vulkacit CZ/C	Sulfenamida, Lan-xess	1,5	1,5	1,5	1,5
Azufre		1,8	1,8	1,8	1,8
Vivatec 500	TDAE-Ö1, H&R	37,5			
Productos de hidrogenación de extracto primario			37,5		

Material bruto	Producto, fabricante	Comparación	Ejemplo 2a	Ejemplo 2b	Ejemplo 2c
Productos de hidrogenación de mezcla de extracto primario/secundario				37,5	
Productos de hidrogenación de extracto secundario					37,5

Los materiales compuestos se vulcanizaron y se midieron las propiedades de los materiales vulcanizados obtenidos. Estos están representados en la tabla 4.

5 Tabla 4: Dureza, elasticidad de rebote, tangente de delta y abrasión de los materiales vulcanizados obtenidos

		Comparación	Ejemplo 2a	Ejemplo 2b	Ejemplo 2c
<b>Dureza A/D convencional</b>	Dureza ShA a 23 °C	60	62	61	61
	Dureza ShA a 70 °C ShA a	59	59	60	54
<b>Elasticidad de rebote</b>	R (23 °C)	33,5	32,2	31,5	30,8
	R (70 °C)	55	54	55	57
<b>Ensayo de tracción varilla S2</b>	alargamiento de rotura:	440	425	405	385
	tensión de rotura:	18,5	18,1	17,9	17,6
<b>Tangente de delta</b>	0 °C	0,52	0,50	0,47	0,48
	60 °C	0,13	0,13	0,12	0,11
<b>Abrasión</b>	Abrasión según la norma DIN 53516	102	105	108	109

Se muestra que mediante hidrogenación de las materias primas mencionadas se preparan aceites de proceso que presentan valores que tienen valores absolutamente comparables con un TDAE. A este respecto puede observarse que con aumento del contenido de NAP la resistencia a la rodadura (tangente de delta @ 60 °C) se vuelve mejor, con reducción del contenido de NAP la abrasión y la resistencia al deslizamiento en húmedo (tangente de delta @ 0 °C). Esto permite al usuario, no sólo en caso de neumáticos, poder adaptar selectivamente esta propiedad clave. Una adaptación de este tipo no ha sido posible hasta ahora con los aceites de proceso convencionales.

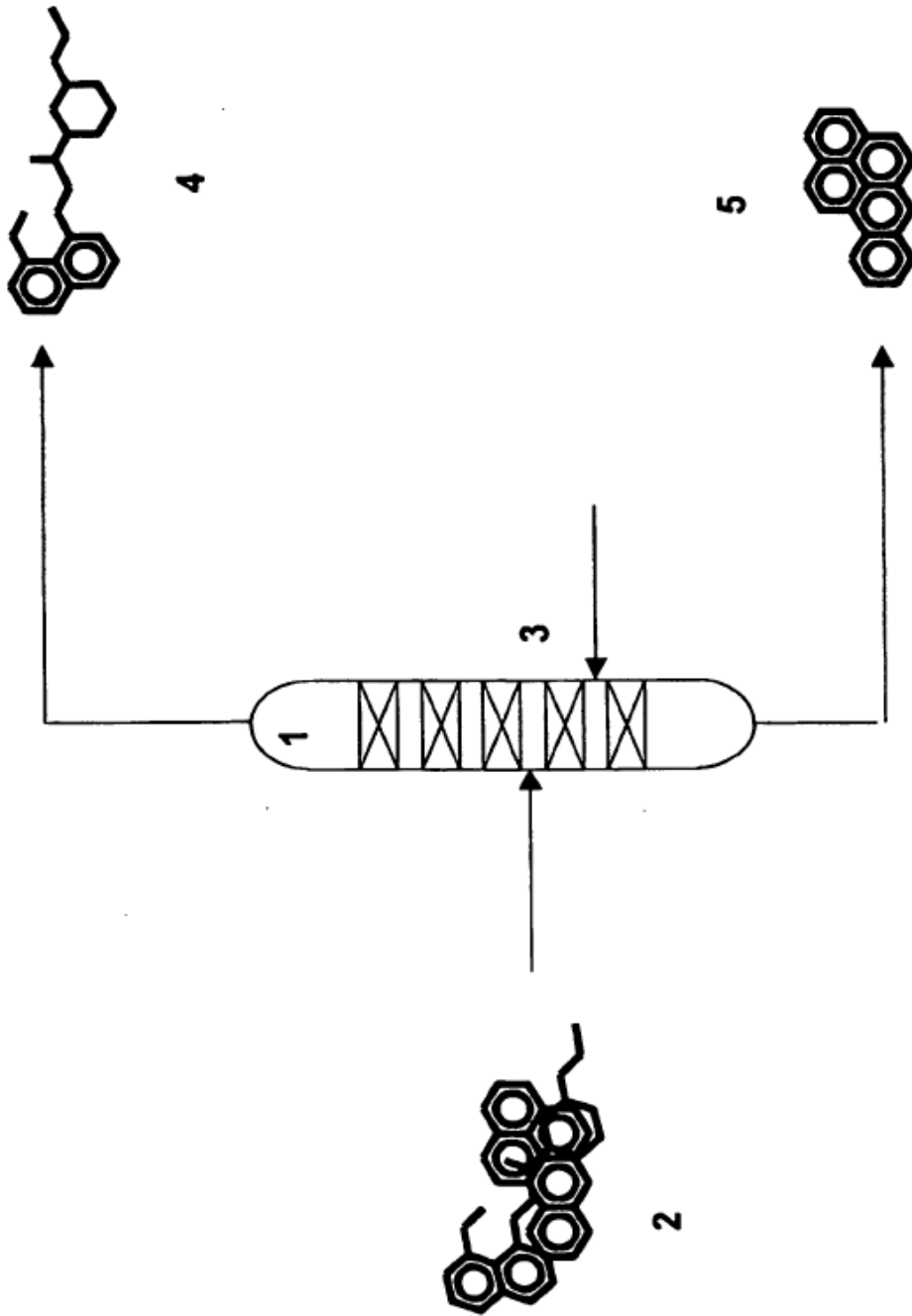
10

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para la preparación de aceites de proceso nafténicos, que presentan una distribución de carbono de  $C_A$  con respecto a  $C_N$  con respecto a  $C_P$  del 0 % al 30 % en peso con respecto a del 45 % al 65 % en peso con respecto a del 20 % al 55 % en peso, determinada según la norma ASTM D 2140, y un contenido de compuestos aromáticos policíclicos (PCA) inferior al 3 % en peso según IP 346, **caracterizado por que** un producto de partida de aceite de proceso, que presenta un contenido de compuestos aromáticos policíclicos de al menos el 3 % en peso, determinado según IP346, y una proporción de átomos de carbono nafténicos  $C_N \leq 25$  % en peso, se hidrogena usando un catalizador metálico con hidrógeno a temperaturas de 200 °C a 400 °C y presiones de 8.000 a 25.000 kPa y
- 10 a) el producto de partida de aceite de proceso usado es un extracto secundario de la preparación de TDAE o MES,  
 b) el producto de partida de aceite de proceso usado es un OAE  
 15 c) el producto de partida de aceite de proceso usado es una mezcla de extracto secundario y DAE.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la hidrogenación se realiza a temperaturas de 250 °C a 400 °C, preferentemente de 300 °C a 375 °C.
- 20 3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizado por que** el catalizador metálico se basa en un catalizador de níquel, cobalto, molibdeno, cromo, vanadio, níquel-molibdeno, cromo-vanadio, un óxido metálico, un sulfuro metálico o una mezcla de los mismos.
- 25 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el tiempo de permanencia promedio asciende a de 6 a 60 min.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** el producto de partida de aceite de proceso usado es una mezcla del 75 % en peso con respecto al 25 % en peso al 25 % peso con respecto al 75 % en peso de extracto secundario con respecto a DAE.
- 30 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el punto de anilina del aceite de proceso nafténico se encuentra entre 30 °C y 115 °C, determinado según la norma DIN ISO 2977.



FIG 1



15

FIG 2

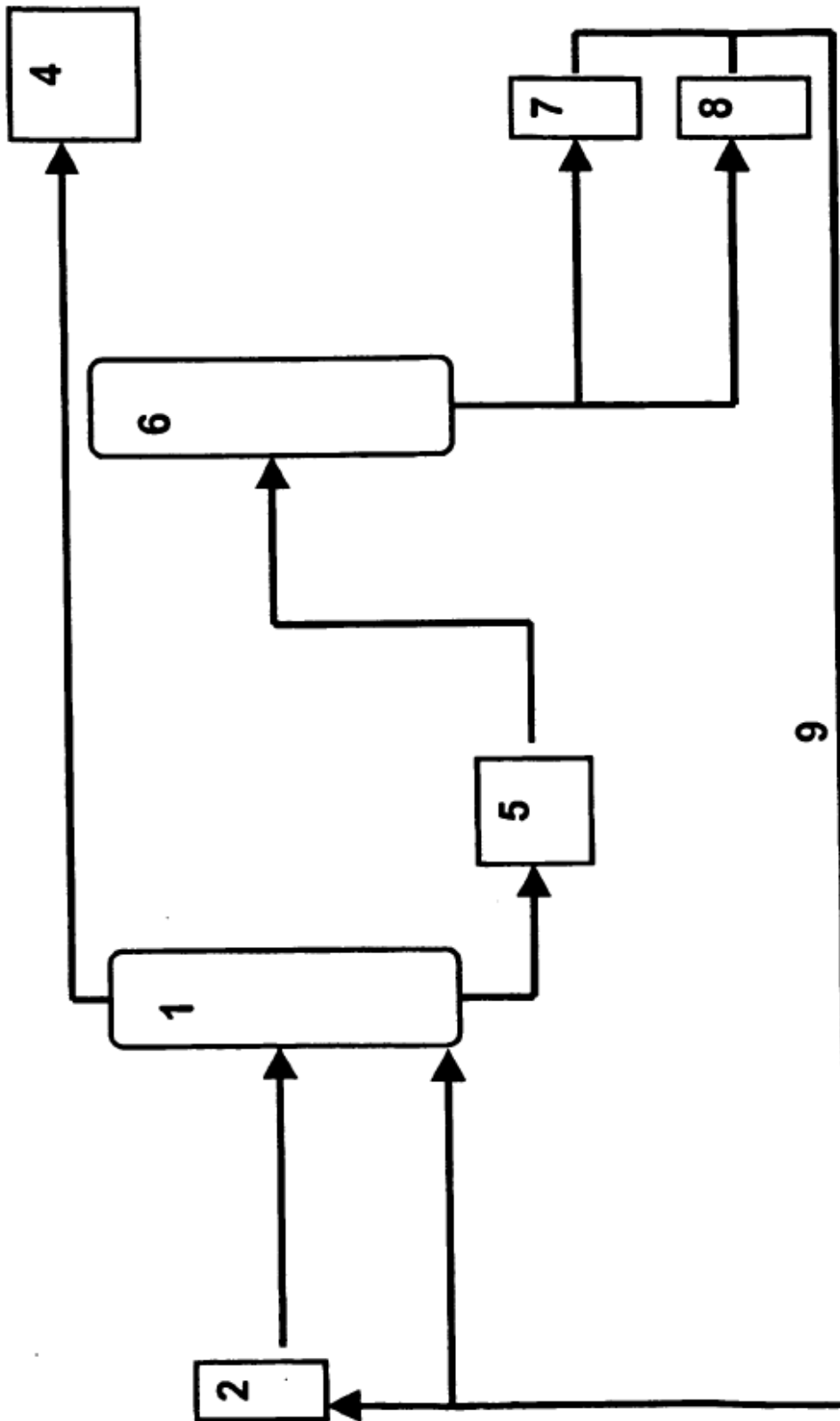


FIG. 3

