

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 532 394**

51 Int. Cl.:

**C10M 175/00** (2006.01)

**C10M 175/02** (2006.01)

**C10M 175/04** (2006.01)

**C10M 173/00** (2006.01)

**C10N 40/20** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.11.2009 E 09747837 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.12.2014 EP 2358850**

54 Título: **Recuperación de lubricantes de lubricantes de refrigeración usados**

30 Prioridad:

**27.11.2008 DE 102008059439**

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

**26.03.2015**

73 Titular/es:

**HYDRO ALUMINIUM DEUTSCHLAND GMBH  
(100.0%)**

**Aluminiumstrasse 1  
41515 Grevenbroich, DE**

72 Inventor/es:

**KUDERMANN, GERHARD y  
SEIFERTH, OLIVER**

74 Agente/Representante:

**VEIGA SERRANO, Mikel**

**ES 2 532 394 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

Recuperación de lubricantes de lubricantes de refrigeración usados

5 **Sector de la técnica**

La invención se refiere a la recuperación de lubricantes y concentrados de lubricante de lubricantes de refrigeración usados no miscibles con agua, miscibles con agua o mezclados con agua, tales como líquidos de mecanizado de metales del mecanizado de metales con desprendimiento de virutas y sin desprendimiento de virutas.

10

**Estado de la técnica**

En el mecanizado de metales se producen lubricantes usados y suspensiones de lubricante que deben desecharse regularmente como residuo. Las emulsiones usadas y suspensiones de lubricante que contienen agua deben separarse con costes relativamente altos en agua, componentes lubricantes e impurezas y deben alimentarse a otra eliminación de residuos. En el caso especial de lubricantes y suspensiones de lubricante contiene el residuo principios activos valiosos. Al mismo tiempo además de los costes de eliminación de residuos aumentan cada vez más también los precios de las materias primas, o sea de aceites minerales y aditivos. Con ello se vuelven económicamente interesantes los procedimientos para el procesamiento de mezclas de aceite-agua para un aprovechamiento térmico de los concentrados de aceite y el procesamiento del agua que contiene débilmente aceite en depuradoras biológicas o la recuperación del agua por medio de instalaciones de osmosis inversa para la producción de emulsiones u otros fines. Una ventaja económica aún mayor resulta cuando el concentrado de aceite purificado puede reconducirse al circuito de lubricante.

15

20

25

Para la deshidratación de suspensiones de aceite se describieron por ejemplo la evaporación, la filtración por membrana así como la técnica con separador, decantador o decantador de tres fases. Así Eisenmann Maschinenbau GmbH & Co. KG ofrece una instalación en la que se realiza en primer lugar una deshidratación mecánica de residuo que contiene aceite en un decantador de tres fases, a continuación se procesa la fase aceitosa para el aprovechamiento como combustible o para otros fines, se quema la fase sólida y se somete la fase acuosa a una ultrafiltración.

30

Los jabones metálicos y las partículas de desgaste metálicas así como otros componentes que contribuyen a un residuo altamente viscoso o durante la deshidratación temporalmente a un estado altamente viscoso, conducen a problemas de procesamiento que pueden controlarse con dificultad. Las partículas de desgaste metálicas sumamente finas debido a las bajas diferencias de densidad y especialmente en presencia de sustancias tensioactivas (tensoactivos) y medio viscoso con fuerza de cizallamiento apenas pueden separarse o no pueden separarse en absoluto del aceite lubricante.

35

En instalaciones de evaporador, la consistencia parcialmente de alta viscosidad de los aceites que con frecuencia atraviesa un valor máximo con la deshidratación, conduce a adhesiones y a una evaporación dificultada del agua. Con los procedimientos descritos hasta ahora no pueden separarse del aceite jabones metálicos que se forman en la emulsión. En la bibliografía se han descrito ensayos para la eliminación de los jabones metálicos con agentes de floculación.

40

La recuperación destilativa del concentrado de aceite o concentrado de lubricantes con aditivos, en la que permanecen en el residuo los jabones metálicos y las proporciones de aceite extraño indeseados, no se ha descrito hasta ahora y debido a los componentes de alto punto de ebullición y parcialmente sensibles térmicamente se ha considerado hasta ahora como no realizable.

45

La alta viscosidad e impurezas conducen en la destilación discontinua a deposiciones que impiden la transmisión de calor y requieren un alto gasto de mantenimiento.

50

Con respecto a la deshidratación de la mezcla de aceite y agua o la recuperación destilativa del agua en instalaciones de evaporador puede determinarse que ha resultado conveniente, debido a la energía de evaporación del agua relativamente alta, en este caso una recuperación de la energía con compactación por compresión. Los vacíos parciales de aproximadamente 0,5 bar, con los que se hacen funcionar estas instalaciones de evaporador, no son suficientes sin embargo para una deshidratación al 100 %, que sería necesaria para un procesamiento destilativo posterior del aceite. Estas instalaciones de evaporador consiguen además una amplia deshidratación por medio de la reconducción del fondo, lo que conduce a problemas de incrustaciones, malas transmisiones de calor y gasto de mantenimiento demasiado alto como también a una carga térmica considerable de los componentes de aceite, incluso destruyendo a éstos a este respecto.

55

60

Durante un acto de la Society of Tribologists and Lubrication Engineers (STLE) el 06-05-2007 se presentó un procedimiento para la recuperación, purificación y reciclado de aceite y agua de emulsiones de laminación con un evaporador a vacío a de 100 a 300 mbar absolutos y una temperatura entre 50 °C y 70 °C. En el agua de producto debe quedar un contenido metálico residual inferior a 400 mg/l. El aceite obtenido tiene un contenido en agua

65

residual inferior al 3 %. Otra reducción del agua residual en un medio de este tipo no se había descrito hasta ahora. El agua separada puede usarse de nuevo posiblemente para la preparación de emulsiones de aceite en agua. Para la separación de partículas de desgaste metálicas y jabones metálicos del concentrado de aceite se propusieron agentes de floculación. La purificación satisfactoria con agentes de floculación depende sin embargo fuertemente de la composición química y es comparativamente cara con respecto al consumo de productos químicos y elevado volumen de residuos.

Además se conoce la deshidratación de suspensiones de aceite con evaporación de película delgada a 145 °C y 500 mbar. Esta temperatura y este vacío parcial sin embargo no son suficientes igualmente para una deshidratación esencialmente completa.

La recuperación destilativa de lubricantes y concentrados de lubricante con componentes de alto punto de ebullición de suspensiones que contienen lubricante, por ejemplo de suspensiones de aceite, se dificulta mediante la consistencia parcialmente de alta viscosidad que se origina mediante partículas de desgaste metálicas, jabones metálicos, productos de degradación, componentes poliméricos y sustancias tensioactivas tales como poliglicoles, así como el alto punto de ebullición de componentes y la sensibilidad térmica como también la incrustación y las malas transmisiones de calor asociadas a ello.

El documento DE 30 42 094 A1 describe un procedimiento para la descomposición continua de dispersiones de carbono estables en aceites de motor residuales antes de su nuevo refinado. A este respecto se descompone en primer lugar la dispersión de carbono estable y directamente a continuación de la descomposición se realiza el nuevo refinado mediante destilación de vía corta. El documento DE 4419 468 A1 describe un procedimiento para la preparación y procesamiento de una emulsión de trabajo a partir de un concentrado de emulsión y agua fresca así como agua de procedimiento, en particular para su uso en el procesamiento de metales. En éste se describe que la emulsión usada se alimenta a un reactor separador, en el que mediante adición de un agente separador orgánico se separa la emulsión en una fase aceitosa (fase de flotación de aceite) y una fase acuosa. Dependiendo del requerimiento de las propiedades de emulsión se prepara la fase de flotación de manera destilativa para un nuevo uso. Antes del procesamiento destilativo se ha liberado la fase de flotación sin embargo de virutas metálicas y polvos metálicos. Para ello está prevista una filtración mecánica y/o electromecánica en la etapa de mecanizado 2. La fase de flotación ya no contiene por tanto partículas de desgaste metálicas.

### Objeto de la invención

La invención se basa, por tanto, en el objetivo de facilitar un procedimiento para la recuperación de un concentrado de lubricante que puede usarse de nuevo en líquidos para el mecanizado de metales, por ejemplo de lubricantes usados libres de agua y que contienen agua. Para el caso de lubricantes usados que contienen agua ha de realizarse una deshidratación lo máxima posible. Del concentrado de lubricante libre de agua o esencialmente deshidratado pueden eliminarse contenidos indeseados tales como partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos, polímeros y aceite extraño.

Sorprendentemente se determinó que este objetivo puede solucionarse mediante una destilación de vía corta con generación de película mecánica en el evaporador.

Por consiguiente es objeto de la invención un primer procedimiento para la recuperación de lubricante líquido o concentrado de lubricante de una mezcla esencialmente deshidratada que contiene lubricante que se produce en el mecanizado de metales como residuo con una proporción de agua inferior al 1 %, que presenta contenidos indeseados en partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos, polímeros y aceite extraño que deben eliminarse, en el que la mezcla esencialmente deshidratada que contiene lubricante se somete a una destilación de vía corta con generación de película mecánica en el evaporador a una temperatura de al menos 150 °C y una presión inferior a 1,5 mbar para obtener un concentrado de lubricante que puede usarse de nuevo en lubricantes de refrigeración, que está esencialmente libre de partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos y polímeros.

El material de partida de este primer procedimiento es la mezcla de lubricantes esencialmente deshidratada por ejemplo mediante tratamiento en un evaporador de capa delgada a una temperatura de al menos 100 °C y una presión inferior a 100 mbar.

Es además objeto de la invención un segundo procedimiento para la recuperación de lubricante líquido o concentrado de lubricante de una mezcla que contiene lubricante que se produce en el mecanizado de metales como residuo, que presente contenidos indeseados en partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos, polímeros y aceite extraño que deben eliminarse, en el que

(a) se deshidrata la mezcla que contiene lubricante hasta obtener una proporción de agua inferior al 1 % y

(b) se somete la mezcla esencialmente deshidratada de (a) a una destilación de vía corta con generación de película mecánica en el evaporador a una temperatura de al menos 150 °C y una presión inferior a 1,5 mbar para

obtener un concentrado de lubricante que puede usarse de nuevo en lubricantes de refrigeración, que está esencialmente libre de partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos y polímeros.

5 El material de partida de estos dos procedimientos puede ser el producto que contiene aceite de una técnica de separación gruesa, que se realiza por ejemplo mediante un separador o una centrífuga, un decantador o decantador de tres fases. El contenido en aceite o lubricante del material de partida del segundo procedimiento puede ascender a del 50 % al 99 % en peso, con respecto a la masa del material de partida.

**Descripción detallada de la invención**

10 El material de partida para el procedimiento de acuerdo con la invención son lubricantes de refrigeración usados. A éstos pertenecen lubricantes de refrigeración miscibles con agua, mezclados con agua y no miscibles con agua. Este término comprende lubricantes a base de aceite mineral y lubricantes líquidos de base sintética tales como alquilbencenos, polialfaolefinas, ésteres de ácidos carboxílicos, poliéteroles tales como polialquilenglicoles, poliglicoles, poliéteroles aromáticos y poliisobutenos. Mediante las sustancias mencionadas anteriormente así como  
15 otros aditivos pueden modificarse las propiedades de los lubricantes tales como estabilidad frente a la oxidación, protección frente al desgaste, protección frente a la corrosión, estabilidad frente a la presión (capacidad de soporte de carga), evitación de la formación de espuma, evitación de formación biológica de gérmenes, capacidad de humectación, capacidad de emulsión, capacidad de lavado. Para ello pueden estar contenidos en estos líquidos las más distintas aminas, polivinilpirrolidonas, aril-/alquilsulfonatos, ésteres de ácido fosfórico, tensioactivos no iónicos (por regla general etoxilatos), antioxidantes y biocidas.

20 Por consiguiente son adecuados para el procesamiento de acuerdo con la invención todos los lubricantes o concentrados de lubricante que se producen en el mecanizado de metales como residuo.

25 Mediante su uso, las composiciones contienen como impurezas partículas de desgaste finísimas metálicas y jabones metálicos así como productos de degradación, polímeros y aceites extraños que contribuyen posiblemente a una consistencia de alta viscosidad. Estas impurezas perjudican el reciclado y hasta ahora no pudieron separarse de manera suficiente. Las partículas de desgaste finísimas metálicas en el sentido de la invención son partículas  
30 metálicas que se producen en el mecanizado de metales con un tamaño de partícula de 0,1 a 200 µm o virutas metálicas que son aún más grandes. Las partículas de desgaste finísimas metálicas no pueden separarse de la mezcla de aceites por regla general ni mediante procedimientos de separación gruesa ni mediante evaporación de capa delgada usada hasta ahora ya para la deshidratación.

35 Antes del tratamiento de acuerdo con la invención puede someterse el lubricante de refrigeración usado, o sea las emulsiones usadas y suspensiones que contienen lubricante mencionadas anteriormente, no obstante a un tratamiento previo para la separación gruesa de agua y lubricante y partículas de sólido. Esto puede realizarse por medio de centrífuga, decantador y/o decantador de tres fases. Por ejemplo, las emulsiones usadas y suspensiones que contienen lubricante pueden separarse en primer lugar con centrífuga, decantador y/o con un decantador de tres  
40 fases de manera gruesa en lubricantes, agua y sólidos. A este respecto se obtiene una mezcla concentrada que contiene concentrado de lubricante y agua, en la que la proporción de lubricante puede ascender a del 50 % al 99,9 % en peso, con respecto a la masa de esta mezcla. También se conoce este modo de procedimiento. Los contenidos en agua relativamente bajos pueden conseguirse a partir de aquellas composiciones que forman posiblemente residuos altamente viscosos, también mediante instalaciones de evaporador que están equipadas con sistemas distribuidores de película mecánicos, tales como escobillas, rodillos o cilindros. Tales evaporadores de  
45 película con generación de película mecánica, por ejemplo mediante sistemas mecánicos giratorios, se prefieren especialmente de acuerdo con la invención para la obtención de una mezcla de aceites esencialmente deshidratada. El agua recuperada puede usarse de nuevo para la preparación de emulsiones. Por consiguiente, para la deshidratación son adecuados por ejemplo evaporadores de capa delgada y evaporadores de vía corta.

50 La mezcla concentrada que contiene aceite y agua puede someterse para la eliminación de agua residual en el evaporador de capa delgada a un tratamiento a una temperatura de al menos 110 °C, por ejemplo de 120 °C a 170 °C, y a un vacío inferior a 1 bar, preferentemente inferior a 200 mbar, por ejemplo de 20 a 150 mbar. La presión y la temperatura se ajustan por el experto dependiendo de la composición del material de partida y del tipo de evaporador de capa delgada usado. Si debe usarse para la deshidratación una destilación de vía corta, se realiza ésta en condiciones similares de temperatura y presión tal como se han indicado anteriormente para la destilación de capa delgada.  
55

60 En la destilación de capa delgada continua puede alimentarse el producto de alimentación al evaporador cilíndrico desde arriba y se escurre en la pared externa calentada (camisa de calentamiento). El lubricante concentrado se acumula en la zona inferior y se descarga desde allí. Básicamente es necesario para la destilación una formación de película mecánica, por ejemplo mediante un sistema de escobilla giratorio con escobillas, rodillos o cilindros, que genera en la película altamente viscosa del producto alimentado en la pared calentada del recipiente de destilación constantemente nuevas superficies y permite una rápida separación de fases como también evita adhesiones o  
65 incrustaciones, para que se consiga un resultado de deshidratación óptimo en el tiempo de permanencia corto dado.

5 El concentrado de lubricante obtenido a este respecto está esencialmente libre de agua. Esto significa que la proporción de agua es inferior al 1 %, preferentemente inferior al 0,5 %, de manera especialmente preferente inferior al 0,3 %. Es posiblemente altamente viscoso. Contiene todavía partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos, polímeros y aceite extraño. Mediante el tratamiento en el evaporador de capa delgada se obtiene por tanto únicamente un concentrado de lubricante esencialmente deshidratado. Las otras partes constituyentes que van en contra de un nuevo uso ilimitado del concentrado de lubricante no se eliminan en alcance suficiente.

10 Como alternativa, en lugar de una evaporación de capa delgada, puede tratarse el material de partida mediante centrifugación de manera que el concentrado de aceite obtenido esté esencialmente libre de agua. Esto puede realizarse a escala de laboratorio por ejemplo mediante centrifugación durante de 3 a 10 minutos a aproximadamente 3.000 G a una temperatura de 60 °C a 95 °C. La proporción de agua residual en la fase no acuosa puede ascender a del 0,5 % al 0,2 % en peso, con respecto al peso de la fase no acuosa. También a este respecto se obtiene por tanto únicamente un concentrado de lubricante esencialmente deshidratado. Las otras partes constituyentes que van en contra de un nuevo uso del concentrado de lubricante no se eliminan mediante centrifugación en alcance suficiente.

15 Para la recuperación de las partes constituyentes que pueden usarse de nuevo para líquidos de tratamiento de metales se propone de acuerdo con la invención la destilación de vía corta. Los aparatos de destilación de vía corta son evaporadores cilíndricos con un condensador que se encuentra en el interior. El producto de alimentación se alimenta al evaporador cilíndrico desde arriba y se escurre en la pared externa calentada (camisa de calentamiento). El lubricante concentrado se acumula en la zona inferior y se descarga desde allí. La formación de película se realiza de manera mecánica. La formación de película mecánica puede realizarse mediante escobillas, rodillos o cilindros. Debido a ello se genera constantemente una nueva película y la capa de vapor entre la película y la superficie caliente se destruye respectivamente. La destilación de vía corta usada de acuerdo con la invención se realiza a una temperatura de al menos 150 °C y una presión inferior a 1,5 mbar. Preferentemente se encuentra la presión o el vacío a de 0,001 a 0,9 mbar. De manera especialmente preferente puede encontrarse el vacío en una zona de 0,02 a 0,1 mbar.

20 Ésta permite recuperar a partir del concentrado de lubricante libre de agua, parcialmente de alta viscosidad, que contiene sólido sustancias adecuadas por ejemplo para la preparación de emulsiones de lubricante o el uso en emulsiones de lubricante.

25 Sorprendentemente ha resultado ventajosa esta técnica, ya que se separan jabones metálicos completamente y partículas de desgaste finísimas metálicas como también aceite extraño esencialmente de manera completa de un concentrado de lubricante altamente viscoso mediante destilación de vía corta, o sea permanecen en el residuo de la destilación.

30 Los concentrados de lubricante pueden contener polialquilenglicoles (PAG), por ejemplo como mejoradores de la viscosidad o tensioactivos no iónicos (etoxilatos). Los PAG y etoxilatos se distribuyen de manera correspondiente a su solubilidad en la fase acuosa y la fase aceitosa. Éstos pueden estar presentes por consiguiente también en la suspensión de aceite. Los PAG y etoxilatos se descomponen térmicamente dependiendo de la temperatura y del correspondiente tiempo y con ello pierden su acción. La descomposición comienza a 150 °C y puede acelerarse con temperatura creciente. Para las proporciones típicas de estos aditivos es suficiente a partir de aproximadamente 290 °C el tiempo de contacto corto con la camisa de calentamiento de la destilación de capa delgada o destilación de vía corta para desactivar significativamente su acción.

35 Esto es también una posibilidad de destruir restos de emulsionantes no iónicos, de modo que el concentrado de aceite sin restos no controlados perturbadores de emulsionantes u otros tensioactivos no iónicos puede ajustarse de manera adecuada formalmente (de manera controlada) para el nuevo uso. Además, la descomposición térmica de PAG, que pueden aumentar la viscosidad de suspensiones de aceite significativamente, puede anteponerse a la separación gruesa mecánica de fase de lubricante, fase acuosa y partículas de desgaste metálicas, para conseguir un mejor resultado de separación en la separación previa mecánica de concentrado de aceite.

40 Preferentemente, el destilado está por consiguiente también libre de los tensioactivos que contienen polialquilenglicol no iónico usado con frecuencia en lubricantes de refrigeración, tales como éteres de alcohol graso de polialquileño y ésteres de ácido graso de polialquilenglicol.

45 Mediante el procedimiento de acuerdo con la invención se recuperan aceite mineral, ácidos grasos y ésteres lubricantes. Éstos pueden formularse en la forma destilada mediante adición de los aditivos habituales para dar lubricantes de refrigeración. La nueva formulación favorece el hecho de que los tensioactivos que contienen polialquilenglicol se hayan separado completamente por destilación.

50 El procedimiento de acuerdo con la invención es adecuado en particular para grandes instalaciones de mecanizado de metales de la industria de acero, cobre o aluminio o empresas de construcción de máquinas, en las que se usan en gran alcance lubricantes para el mecanizado con desprendimiento de virutas y conformación de materiales. Tales instalaciones disponen de lubricantes de refrigeración definidos. Estos lubricantes de refrigeración pueden

procesarse mediante el procedimiento de acuerdo con la invención y pueden mezclarse con aditivos para el nuevo uso y por consiguiente pueden activarse en un circuito que cuida de los recursos.

Los siguientes ejemplos sirven para la explicación adicional de la invención.

## Ejemplos

Los ejemplos no describen ningún proceso continuo desde la separación gruesa hasta la recuperación de los materiales reciclables mediante destilación de vía corta. Los ejemplos 1 y 3 se realizaron con suspensión de aceite acuosa sin separación gruesa previa. El producto en el ejemplo 2 no se sometió a ninguna otra destilación.

### Ejemplo 1

Para los ensayos de deshidratación y destilación se usó una suspensión de aceite acuosa de una emulsión, que flotaba en el tanque desnatador (*skim tank*) y se retiró con una barra desnatadora (desnatadores con paleta, *flight skimmer*). La suspensión de aceite contenía aproximadamente el 30 % de agua y el 70 % de concentrado de aceite de aceite mineral y aditivos solubles en aceite. El concentrado de aceite usado estaba compuesto de aceite mineral con un intervalo de punto de ebullición de 275 °C a 450 °C a presión normal, aminas orgánicas, ácidos grasos, ésteres de ácido fosfórico, ésteres de ácidos grasos, alcoholes grasos etoxilados así como jabones metálicos y proporciones de aceite extraño, que presentan un intervalo de punto ebullición de hasta por encima de 500 °C a presión normal.

La suspensión de aceite pudo deshidratarse completamente con la destilación de capa delgada a aproximadamente 140 °C y 30 mbar. Las aminas orgánicas y una pequeña parte de las proporciones de aceite mineral más volátiles se volatilizaron con el agua.

Con la destilación de vía corta del concentrado de aceite esencialmente deshidratado pudieron recuperarse con una temperatura de 170 °C y 0,03 mbar el aceite mineral, ácidos grasos, ésteres de ácido fosfórico.

### Ejemplo 2 (separación gruesa mediante centrifugación)

De un tanque con una emulsión de aceite usado del mecanizado de metales que contenía esencialmente además de agua aceite mineral con un intervalo de punto de ebullición de 275 °C a 450 °C a presión normal, aminas orgánicas, ácidos grasos, ésteres de ácido fosfórico, éster de ácido graso, alcoholes grasos etoxilados así como jabones metálicos y proporciones de aceite extraño, que presentan un intervalo de punto de ebullición de hasta por encima de 500 °C a presión normal, se extrajo mediante bombeo la suspensión de aceite flotante con un dispositivo de succión y mediante centrifugación se separó en sus partes constituyentes gruesas. La proporción de partículas de desgaste metálicas y jabones metálicos correspondía habitualmente a los datos en la tabla III. En una centrifuga de laboratorio se centrifugó durante 5 minutos a 3.000 G y una temperatura de 80 °C. La fase aceitosa impurificada con agua constituía el 83 % en volumen con un contenido en agua del 0,3 % en peso. La fase acuosa constituía el 16 % en volumen y la fase sólida el 0,3 % en volumen. Finalmente había entre la fase aceitosa y acuosa aún una capa intermedia que contenía las dos partes constituyentes y sólidos. Pudieron detectarse jabones metálicos en la capa intermedia y en la fase aceitosa.

### Ejemplo 3

De un tanque desnatador en un circuito de emulsión del procesamiento de aluminio se retiró suspensión de aceite y en primer lugar se sometió a una destilación de vía corta para la deshidratación. La superficie del condensador del dispositivo de destilación de vía corta de laboratorio ascendía a 4 dm<sup>2</sup>. La refrigeración del condensador interno se realiza con agua de la tubería de agua, una trampa de enfriamiento se enfrió con nitrógeno líquido.

Tras la deshidratación se usó el residuo deshidratado como material de alimentación para otra destilación de vía corta. La refrigeración se realizó tal como se ha descrito anteriormente en la deshidratación. A este respecto se ajustaron distintas temperaturas de 140 °C a 300 °C. Las condiciones y los valores de análisis se muestran en la siguiente tabla 1.

Tabla 1

N.º de ensayo		1	2	3	4	5	6	7	8	9
Producto de alimentación		Materia bruta de deshidratación	Residuo 1							
Recipiente de dosificación	°C	60	60							
Camisa de evaporador	°C	140	160	180	200	220	240	260	280	300
Producto---->evaporador	°C	90	90	90	90	90	90	90	90	90
Descarga de fondo	°C	80	80	90	100	120	130	150	150	150
Condensador interno	°C	agua fría	agua fría	agua fría	agua fría	agua fría	agua fría	agua fría	agua fría	agua fría
Trampa de enfriamiento	°C	N2	N2	N2	N2	N2	N2	N2	N2	N2
Presión	mbar	30	0,028	0,035	0,038	0,05	0,06	0,065	0,074	0,082
Número de revoluciones de escobilla	1/min	400	400	400	400	400	400	400	400	400
Rendimiento	g/h	574,3	415,3	404,7	419,5	403,5	402,5	403,0	414,5	407,0
Equilibrio de masas										
Residuo	%	74,3	33,4	25,2	24,8	17,8	16,6	15,3	14,6	14,3
Destilado	%	23,1	66,6	74,8	75,2	82,2	83,4	84,7	85,4	85,7

5 La comparación representada en la siguiente tabla II de destilado y el correspondiente residuo se refiere a las muestras de la tabla I y muestra que con temperatura creciente se transfieren ácidos grasos y ésteres de ácido fosfórico a partir de 200 °C en gran parte al destilado y por consiguiente se recuperan. De manera correspondiente a esto se concentran los jabones metálicos indeseados en el residuo. El contenido en éster existente en el producto de alimentación de alcohol sintético y ácido graso es relativamente bajo (5 %). Estos ésteres se destilan sólo poco hasta 300 °C. Para estos tipos de ésteres son necesarias temperaturas aún más altas.



Las abreviaturas en la tabla tienen el siguiente significado. Ext. = extinción; % de Ext. = porcentaje de extinción; m = monómero; d = dímero; p = polímero; P/O = fósforo unido a oxígeno, n.n. = no detectable.

5 Los valores de medición de los componentes orgánico-químicos de la tabla II se determinaron mediante FT-IR/ATR (espectrometría de infrarrojos con transformada de Fourier/reflexión total atenuada). Las extinciones absolutas se normalizaron con respecto a los grupos CH existentes en exceso (CH<sub>2</sub> y CH<sub>3</sub>).

10 La siguiente tabla III indica valores para las partículas de desgaste metálicas y para cationes metálicas disueltos (cationes de los jabones metálicos, sales de metal y ácidos grasos) y se refiere a la muestra de acuerdo con el ensayo 1 de la tabla I. Feed significa el flujo de entrada para la deshidratación, destilado se refiere al agua separada y residuo es aquel se trata posteriormente mediante destilación de vía corta, lo que corresponde a los números de ensayo 2 a 9 de la tabla. Es evidente que mediante la deshidratación por medio de destilación de capa delgada no se separan metales ni iones metálicos. La concentración en el residuo corresponde en el contexto de la exactitud analítica a la pérdida de agua (aproximadamente el 25 %).

15 Los destilados son transparentes tras la destilación de vía corta, es decir están libres de partículas de desgaste suspendidas. Con protección contra el refrigerante insuficiente pueden arrastrarse posiblemente partículas de desgaste finísimas metálicas y jabones metálicos. La tabla IV muestra la suma de los metales (partículas de desgaste y disueltos como jabones metálicos), cuando mediante protección contra el refrigerante insuficiente se obtiene un destilado turbio. Las partículas de desgaste finísimas metálicas arrastradas y los jabones metálicos arrastrados son despreciables en comparación con los contenidos en una suspensión de aceite deshidratada (tabla III).

20 La siguiente tabla III indica las partículas de desgaste metálicas y cationes metálicos disueltos (jabones metálicos) antes y tras la deshidratación.

Tabla III

Muestra	mg/l de Al		mg/l de Fe		mg/l de Mg	
	sólido	disuelto	sólido	disuelto	sólido	disuelto
ensayo 1 residuo	14339	4490	872	497	1258	683
ensayo 1 feed	11349	3862	605	463	590	918
ensayo 1 destilado (agua)	4,7	21,2	0,3	3,2	0,2	3,6

30 La suma típica de los metales (sólidos y disueltos) en el destilado tras destilación de vía corta a 300 °C con protección contra el refrigerante insuficiente está mostrada en la tabla IV.

Tabla IV

mg/l de Al	mg/l de Fe	mg/l de Mg
22	0,7	1,0

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la recuperación de lubricante líquido o concentrado de lubricante de una mezcla esencialmente deshidratada que contiene lubricante que se produce en el mecanizado de metales como residuo con una proporción de agua inferior al 1 %, que presenta contenidos indeseados en partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos, polímeros y aceite extraño que deben eliminarse, **caracterizado porque** se somete la mezcla esencialmente deshidratada, que contiene lubricante a una destilación de vía corta con generación de película mecánica en el evaporador a una temperatura de al menos 150 °C y una presión inferior a 1,5 mbar, para obtener un concentrado de lubricante que puede usarse de nuevo en lubricantes de refrigeración, que está esencialmente libre de partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos y polímeros.
2. Procedimiento para la recuperación de lubricante líquido o concentrado de lubricante de una mezcla que contiene lubricante que se produce en el mecanizado de metales como residuo, que presenta contenidos indeseados en partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos, polímeros y aceite extraño que deben eliminarse, **caracterizado porque**
- (a) se deshidrata la mezcla que contiene lubricante hasta obtener una proporción de agua inferior al 1 % y  
(b) se somete la mezcla esencialmente deshidratada de (a) a una destilación de vía corta con generación de película mecánica en el evaporador a una temperatura de al menos 150 °C y una presión inferior a 1,5 mbar, para obtener un concentrado de lubricante que puede usarse de nuevo en lubricantes de refrigeración, que está esencialmente libre de partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos y polímeros.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** la deshidratación se realiza mediante una destilación de capa delgada, una destilación de vía corta o una técnica de separación, seleccionada de decantador, decantador de tres fases o centrífuga.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la cámara de vacío de la destilación de vía corta para la evaporación de la mezcla que contiene lubricante esencialmente deshidratada se hace funcionar con una presión de 0,001 a 0,1 mbar.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la cámara de vacío de la destilación de vía corta para la evaporación de la mezcla que contiene lubricante esencialmente deshidratada se hace funcionar con una presión de 0,01 a 0,1 mbar.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la superficie del evaporador de la destilación de vía corta para la evaporación de la mezcla que contiene aceite esencialmente deshidratada se hace funcionar con una temperatura de 150 °C a 350 °C.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** para la deshidratación destilativa de la mezcla que contiene lubricante se realiza una destilación de capa delgada o destilación de vía corta a una temperatura de 120 °C a 170 °C.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** la recuperación de concentrado de aceite de la mezcla que contiene lubricante se realiza de manera discontinua o de manera continua.
9. Uso de un destilador de capa delgada a vacío con un condensador que se encuentra en la cámara de vacío y un dispositivo para la generación continua de películas delgadas del producto que va a destilarse sobre la superficie del evaporador (destilación de vía corta) para la obtención de un destilado de lubricante definido para el reciclado en lubricantes de refrigeración partiendo de lubricantes usados que se producen en el mecanizado de metales como residuo, que presentan contenidos indeseados en partículas de desgaste finísimas metálicas, jabones metálicos, polímeros y aceite extraño.