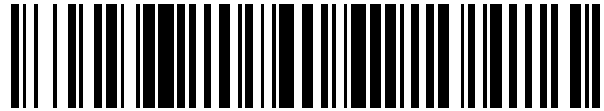


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 581 288**

51 Int. Cl.:

C10M 175/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.01.2013 E 13703936 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.04.2016 EP 2791299**

54 Título: **Procedimiento para reducir el color del aceite lubricante usado**

30 Prioridad:

27.01.2012 US 201261591407 P

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

05.09.2016

73 Titular/es:

**VERTELLUS PERFORMANCE CHEMICALS LLC
(100.0%)**

**201 N. Illinois St., Ste. 1800
Indianapolis, IN 46204, US**

72 Inventor/es:

MEIJERHOF, ANTJO H.

74 Agente/Representante:

MARTÍN SANTOS, Victoria Sofia

ES 2 581 288 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

5 **Procedimiento para reducir el color del aceite lubricante usado**Antecedentes

10 La invención se refiere a procedimientos mejorados para la reducción del color en el aceite lubricante usado.

15 La reducción del color es un paso importante en el tratamiento de los aceites lubricantes usados para hacerlos adecuados para su reciclaje. Para lograr lo anterior, han sido ya descritos varios procedimientos. Por ejemplo, el documento PL 2004-364533 describe el tratamiento con borohidruro de sodio de aceites gastados de motor y de engranajes.

20 Aun así, sigue siendo deseable desarrollar mejores procesos alternativos para reducir el color del aceite lubricante utilizado.

El documento US 4504383 describe un procedimiento de refinado de aceite usado con al menos un agente reductor de borohidruro.

25 Exposición de la invención

30 Esta invención se refiere a un procedimiento para reducir el color en el aceite lubricante usado. El aceite lubricante usado es aceite que ha estado en contacto con un motor o con otro dispositivo que tiene partes móviles lubricadas con aceite. El procedimiento comprende la combinación de: (i) aceite lubricante usado; (ii) borohidruro de metal alcalino; y (iii) sal de bisulfito o metabisulfito,

en el que una relación molar de bisulfito de borohidruro es de 1:1 a 8:1, y
35 además en el que el borohidruro de metal alcalino se añade en una cantidad de 0,01% en peso a 0,1% en peso, basado en el peso del aceite lubricante utilizado.

40 Descripción detallada de la invención

Todos los porcentajes se expresan como porcentajes en peso (% en peso) y todas las temperaturas están en °C, a menos que se especifique lo contrario. "El aceite usado" es aceite lubricante que ha estado en contacto con un motor u otro dispositivo que tiene partes móviles lubricadas por el aceite. Típicamente se considera que el aceite usado ya no es adecuado para su uso debido a la descomposición parcial del aceite y/o de sus aditivos.

Se puede producir ion ditionito por la reacción entre iones de bisulfito y borohidruro, de acuerdo con la siguiente ecuación teórica,



55 aunque resulte en una mezcla compleja de la interacción de borohidruro y del bisulfito, especialmente si la estequiometría teórica no es el 8:1, bisulfito:relación molar de borohidruro indicada por la ecuación. Dado que el mecanismo exacto de la reacción no se ha caracterizado completamente, y las mezclas "sin-estequiometría" son muy complejas, esta invención no se limita a la reducción por el ion ditionito, y otras especies presentes en la mezcla de reacción también pueden actuar como agentes reductores o pueden actuar para decolorar por otros mecanismos.

60 Preferiblemente, el borohidruro de metal alcalino es sodio, potasio o borohidruro de litio; preferiblemente de sodio o potasio; preferiblemente sodio. El borohidruro se puede añadir como borohidruro de metal alcalino sólido o como una solución de borohidruro de metal alcalino en agua. Preferiblemente, se añade borohidruro en forma de una solución acuosa que contiene borohidruro de sodio e hidróxido de sodio. Una solución preferida que contiene borohidruro comprende aproximadamente de 1% a aproximadamente 40% de borohidruro de metal alcalino activo y
65 aproximadamente de 10 a aproximadamente 45% de hidróxido de metal alcalino, todos en peso. Preferiblemente, la solución de borohidruro contiene de 10% a 25% de borohidruro de metal alcalino e hidróxido de metal alcalino de

15% a 42%, preferiblemente de 15% a 25% de borohidruro de metal alcalino e hidróxido de metal alcalino de 17% a 25%. Preferiblemente, el hidróxido de metal alcalino es hidróxido de sodio o de potasio, preferiblemente hidróxido de sodio.

5 Tal como se describió anteriormente, la reacción teórica de borohidruro y el bisulfito requiere 8 moles de bisulfito por mol de borohidruro, es decir, la relación molar de bisulfito de borohidruro es de al menos 8:1. La presente invención utiliza una relación de 1:1 a no más de 8:1. Preferiblemente, la relación es de no más de 7,5:1, preferiblemente no más de 7:1, preferiblemente no más de 6,8:1, preferiblemente no más de 6:1. La proporción es de al menos 1:1, preferiblemente al menos de 2:1, preferiblemente al menos 3:1, preferiblemente al menos 4:1. El uso de cualquier proporción menor que el valor teórico de 8:1 produce un ahorro de costes del uso disminuido de bisulfito, en relación con el proceso de estequiometría convencional.

15 Preferiblemente, al menos 0,05% de bisulfito, basado en el peso de aceite usado, se añade al aceite usado, preferiblemente al menos 0,1%, preferiblemente al menos 0,15%, preferiblemente al menos 0,2%; preferiblemente no más de 0,6%, preferiblemente no más de 0,5%, preferiblemente no más de 0,45%, preferiblemente no más de 0,4%, preferiblemente no más de 0,35%. Preferiblemente, el bisulfito se genera mediante la combinación de agua y metabisulfito de sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$.

20 Preferiblemente, la solución de borohidruro y la solución de bisulfito se mezclan justo antes de añadirlos al aceite usado. Las soluciones también se pueden añadir por separado al aceite usado. Preferiblemente, el borohidruro y soluciones de bisulfito se mezclan a una temperatura en el intervalo de 4°C a 50°C, más preferiblemente de 10°C a 35°C. Preferiblemente, el borohidruro mezclado y las soluciones de bisulfito se almacenan en un recipiente para su adición posterior al aceite usado, preferentemente dentro de las 12 horas después de la mezcla, más preferiblemente dentro de 6 horas, más preferiblemente dentro de 3 horas, más preferiblemente dentro de 1 hora, y lo más preferiblemente dentro de media hora desde el mezclado. Preferiblemente, las soluciones mixtas se añaden directamente al aceite usado en menos de 15 minutos, más preferiblemente en menos de 10 minutos, y lo más preferiblemente en menos de 5 minutos. La cantidad de borohidruro añadido al aceite usado, medido como el porcentaje borohidruro de metal alcalino con relación al peso del aceite utilizado, es de al menos 0,01%, preferiblemente al menos 0,02%, preferiblemente al menos 0,03%, preferiblemente al menos 0,04% y no más de 0,1%, preferiblemente no más de 0,09%, preferiblemente no más de 0,08%, preferiblemente no más de 0,07%. Preferiblemente, se usa una solución acuosa de borohidruro de sodio al 20%, y el peso de la solución utilizada, medida como porcentaje del aceite utilizado, es de al menos 0,05%, preferiblemente al menos 0,1%, preferiblemente al menos 0,15%. Preferiblemente, el peso de la solución utilizada, medida como porcentaje del aceite usado, no es más de 0,5%, más preferiblemente no más de 0,45%, y más preferiblemente no más de 0,4%.

35 El procedimiento de esta invención se puede usar en conjunción con otros tratamientos de purificación de aceite usado, por ejemplo, filtración, ajuste del pH, absorción física (carbón activado, arcilla, sílice), la destilación *flash* (o destilación instantánea). Preferiblemente, después del tratamiento del aceite con borohidruro y bisulfito, de 5% a 30% de la masa total se elimina por destilación para eliminar el agua y otros compuestos relativamente volátiles, preferiblemente de 15% a 25%.

EJEMPLOS

45 Para este ensayo se utilizó aceite usado de un motor para embarcaciones con 200 horas de funcionamiento. El aceite no había agua.

50 Productos químicos

Proceso SBH:

55 [0014] A las muestras de aceite se les añadió una solución acuosa que contiene 20% de borohidruro de sodio y 20% de NaOH diluida en diez veces con agua (10% de la solución y 90 de agua añadida) justo antes de la solución resultante SBH.

60 Proceso de SBS-SBH:

65 Se preparó 20% de NaHSO_3 (SBS) en agua y la solución SBH descrita para el nuevo proceso de SBH descrito anteriormente. Las cantidades correspondientes de solución de SBH, agua y la solución de SBS se mezclaron, justo antes de que se añadiera la solución resultante a las muestras de aceite.

Agua - El contenido total de agua se mantuvo en 9%

5 Procedimiento de decoloración ensayo de laboratorio 1

Muestra 1

10 Primera etapa

15 Se añadió 0,02% de SBH con agua (0,1% de la solución SBH descrita anteriormente, basada en peso de aceite) al aceite precalentado (80°C).

Se separó un 20% del peso total por destilación en vacío (100 mbar).

20 El intervalo de ebullición fue de entre 90°C y 180°C.

Se midió la temperatura antes del enfriamiento con una cámara de infrarrojos portátil.

25 Segunda etapa

También se eliminó un 60% de la fracción del aceite lubricante por medio de destilación al vacío. El intervalo de ebullición fue de entre 180°C y 260°C. Esta fracción es la muestra del aceite tratado.

30 El 20% se quedó en la parte inferior como residuo.

Muestra 2

35 Primera etapa

40 Al aceite precalentado se le añadieron 0,02% SBH con agua (0,1% de la solución SBH descrita anteriormente, basado en peso de aceite) y SBS con una relación molar de SBS/SBH de 4 con agua (80°C). Se separó por destilación a vacío el 20% del peso total, y lo restante comprende la muestra de aceite tratado. El intervalo de ebullición fue de entre 90°C y 180°C (100 mbar, 10⁵ Pa). Se midió la temperatura antes del enfriamiento con una cámara de infrarrojos portátil.

45 Segunda etapa

50 Es la misma que la de la muestra 1

Resultados de los ensayos de laboratorio 1

55 La botella 1 es el aceite usado de lubricación y utilizado para el ensayo 1.

La botella 2 es el resultado de la muestra 1 con 0,02% SBH.

60 La botella 2 es el resultado de la muestra 2 con 0,02% SBH y SBS con una relación molar de SBS/SBH=4

Procedimiento de decoloración ensayo de laboratorio 2

65 Para el segundo ensayo primero se destila aceite lubricante usado sin productos químicos y agua. El 60% de la fracción de aceite lubricante se eliminó por destilación al vacío.

ES 2 581 288 T3

[0023] La zona de ebullición fue de entre 180°C y 260°C. Este aceite se utilizó para los siguientes ensayos.

- 5 Muestra 1: 0,02% SBH.
Muestra 2: 0,02% SBH con SBS, relación molar 4.
Muestra 3: 0,04% SBH.
Muestra 4: 0,04% SBH con SBS, relación molar 4.
Muestra 5: 0,06% SBH.
10 Muestra 6: 0,06% SBH con SBS, relación molar 4.

Muestras de la 1 hasta la 6

- 15 Se añadieron los productos químicos con agua al aceite precalentado (80°C)
El 9 % del peso total se eliminó por destilación al vacío (100 mbar, 10⁴ Pa).
La zona de ebullición fue de entre 90°C y 110°C y el tiempo de retención fue de 30 minutos.
20 El producto final es el aceite lubricante refinado terminado. (Ver imagen)

Resultados de los ensayos de laboratorio 2

- 25 La botella 1 es el aceite lubricante usado utilizado para el ensayo 2.
30 La botella 2 es el aceite lubricante después de la destilación sin productos químicos y agua, este aceite se utiliza para las muestras de la 1 hasta la 6.
La botella 3 es el resultado de la muestra 1 con 0,02% SBH.
La botella 4 es el resultado de la muestra 2 con 0,02% SBH con SBS relación molar 4.
35 La botella 5 es el resultado de la muestra 3 con 0,04% SBH.
La botella 6 es el resultado de la muestra 4 con 0,04% SBH con SBS relación molar 4.
40 La botella 7 es el resultado de la muestra 5 con 0,06% SBH.
La botella 8 es el resultado de la muestra 6 con 0,06% SBH con SBS relación molar 4.
45 La medición del color se realizó de acuerdo con el procedimiento ASTM D1500 para el color de los productos derivados del petróleo (escala de colores ASTM).
El equipo era HACH LANGE modelo LICO 150.

- 50 Resultados para las botellas de 2-8:

	SBH	Relación molar SBS/SBH	Medición del color ASTM 1500 D	% mejora	% de diferencia (SBH) - (SBH / SBS)
2			5,5		
3	0,02%		4,2	23,64	
4	0,04%	4	4	27,2	3,56
5	0,04%		4,2	23,64	
6	0,04%	4	3,7	32,72	9,08
7	0,06%		4,2	23,64	
8	0,06%	4	3,9	29,09	5,45

Nota: el aceite en la botella 6 estaba turbio

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para reducir el color en el aceite lubricante usado, en el que el aceite lubricante que ya ha sido usado es aceite lubricante que ha estado en contacto con un motor u otro dispositivo que tiene partes móviles lubricadas con aceite, procedimiento que comprende combinar: (i) aceite lubricante usado; (ii) borohidruro de metal alcalino; y (iii) sal de bisulfito o metabisulfito,
- 10 en el que la relación molar de bisulfito de borohidruro es de 1:1 a 8:1, y
- en el que además el borohidruro de metal alcalino se añade en una cantidad de 0,01% en peso a 0,1% en peso, basado en el peso del aceite lubricante usado.
- 15 2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el borohidruro de metal alcalino es borohidruro de sodio.
3. El procedimiento de la reivindicación 2 en el que la relación molar de bisulfito a borohidruro es de 2:1 a 6:1.
4. El procedimiento de la reivindicación 3 en el que se añade borohidruro de sodio en una cantidad de 0,02% en peso a 0,08% en peso, basado en el peso del aceite lubricante usado.