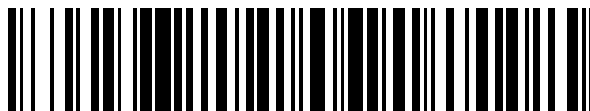


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 629 851**

21 Número de solicitud: 201600114

51 Int. Cl.:

C10M 175/02 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

15.02.2016

43 Fecha de publicación de la solicitud:

16.08.2017

71 Solicitantes:

GÓMEZ MIÑANA, José Antonio (100.0%)
Cedro, 57, chalet 6
28250 Torrelodones (Madrid) ES

72 Inventor/es:

GÓMEZ MIÑANA, José Antonio

54 Título: **Procedimiento de triple destilación para la regeneración de aceites usados incluyendo tratamiento cáustico en línea en la segunda destilación**

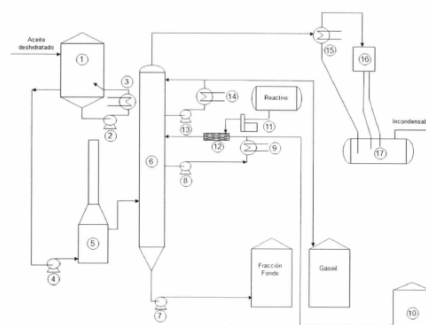
57 Resumen:

La presente invención se refiere a un proceso de regeneración de aceites lubricantes usados que consiste en un procedimiento de triple destilación incluyendo una segunda columna de desasfaltado y activación de reactivo cáustico.

La invención se caracteriza básicamente por la fase de desasfaltado independiente, que se describe en la figura. Este desasfaltado se realiza en una columna independiente, obteniendo un fondo asfáltico sin aditivo, ya que la aditivación del reactivo cáustico se realiza también en la columna de desasfaltado, pero en una fase inmediatamente posterior a la extracción del fondo asfáltico.

El proceso permite obtener bases lubricantes de elevada calidad empleando bajas concentraciones de reactivo cáustico y produce un fondo asfáltico en la segunda columna de elevada calidad, debido a que no contiene reactivo cáustico. De esta manera se reduce también de forma muy importante la producción de residuos.

Figura 2



DESCRIPCIÓN

Procedimiento de triple destilación para la regeneración de aceites usados incluyendo tratamiento cáustico en línea en la segunda destilación.

5

Sector de la técnica

La presente invención se refiere al sector de regeneración de aceites minerales usados, operación industrial que consiste en recuperar, a partir de aceites lubricantes usados, procedentes de la automoción y de la industria, que han perdido sus propiedades iniciales y que resultan altamente contaminantes bases lubricantes que pueden ser reutilizadas de nuevo.

En concreto la invención se refiere a un proceso que mejora notablemente los procedimientos actualmente existentes, aumentando la cantidad y calidad de productos reutilizables y reduciendo notablemente el volumen de residuos generados.

Antecedentes de la invención

Los aceites minerales usados debido a su volumen y dispersión, son uno de los residuos industriales de mayor importancia y de mayor potencial contaminante. Por ello, históricamente, se han desarrollado muchos métodos de gestión de los mismos.

A diferencia de la valorización, que supone un paso inferior en la jerarquización de los residuos, la regeneración, que en algunos países se denomina re-refinado, es un proceso de reciclado en el que se obtienen bases lubricantes similares a las del primer refino del petróleo, es decir se trata de un proceso de reciclado material de retorno al producto original.

Los primeros procesos de regeneración o re-refinado de los aceites lubricantes usados aparecieron sobre los años 60 y fueron bien acogidos porque contribuían a disminuir la contaminación de terrenos y aguas donde hasta ese momento, iban a parar una parte de esos aceites usados mientras que otra parte importante se quemaba como combustibles alternativos de forma incontrolada, lo que trasladaba la contaminación que contenían a la atmosfera.

En España, país pionero en este campo, se comenzó la recogida y regeneración de los aceites usados ya en los años 60. Los procesos desarrollados en España producían bases de buena calidad, comparados con otros procesos de otros países, pero adolecían del mismo defecto de generar residuos altamente contaminantes, debido a que se utilizaban reactivos químicos (ácido sulfúrico) que daban lugar a unos residuos ácidos de difícil eliminación. Todavía en muchos países en desarrollo están en funcionamiento plantas con estos procesos.

Con los años, fueron necesariamente cambiando las técnicas de regeneración, entre otras razones porque también iban cambiando las características de los aceites usados. En los aceites lubricantes, fue aumentado notablemente la proporción de aditivos que aparecían en su formulación, como respuesta a las mayores exigencias de los motores donde se utilizaban, lo que daba lugar a que los procesos utilizados hasta entonces dejaran de ser operativos.

De todos los procesos que actualmente se utilizan, uno de los más avanzados es un proceso que en su día fue patentado por la sociedad italiana Viscolube con número de

publicación internacional WO 94/07798, del que es coautor el autor de la presente solicitud de patente.

El proceso indicado consiste en:

- 1) Adición al aceite usado de un reactivo alcalino.
- 2) Deshidratación térmica del aceite usado y posterior condensación de agua y ligeros. (Preflash)
- 3) Desasfaltado-desmetalizado-fraccionamiento por destilación a vacío que da lugar a la separación de un fondo asfáltico que contiene todos los productos de oxidación y contaminación que contiene el aceite usado, los aditivos del lubricante degradado y los reactivos añadidos en el propio proceso. Al mismo tiempo se separan los destilados en varias fracciones lubricantes de viscosidades crecientes.
- 4) Tratamiento de decoloración de las fracciones destiladas con tierras decolorantes para obtener las bases lubricantes regeneradas.

Este proceso ha sido durante muchos años uno de los más adecuados para plantas de regeneración de dimensiones relativamente pequeñas (Hasta 50.000 t/año de tratamiento) y, tanto los rendimientos como las calidades de los productos obtenidos, eran de los mejores entre todos los procesos entonces utilizados para la obtención de bases del Grupo I, según la clasificación API (American Petroleum Institute) Viscolube posteriormente modificó el proceso sustituyendo el tratamiento con tierras decolorantes por un tratamiento de hidrogenación, obteniéndose de esta manera bases lubricantes del grupo II API. Sin embargo, los cambios de composición de la materia prima (aceite usado) han ido provocando problemas en el tratamiento, dando lugar a un aumento en el coste de elaboración y una disminución de la calidad y rendimientos de los productos obtenidos. Esta variación en la composición de los aceites usados, provoca también problemas de ensuciamiento en el interior de la columna de desasfaltado-fraccionamiento.

Una de las mayores causas de la variación de las características de los aceites usados, es la utilización en los lubricantes de origen de, cada vez mayor cantidad de fluidos sintéticos tipo ésteres que, al ser mezclados en la recogida con los aceites minerales, ocasionan graves problemas de tratamiento.

Por esta razón, unos procesos que eran óptimos hace unos años han pasado a presentar dificultades en el tratamiento dando lugar a un menor rendimiento, mayor consumo de reactivos y en algunos casos la imposibilidad de tratar determinados aceites usados por su elevada proporción en contaminantes.

Otro esquema de procesos muy utilizado en la regeneración de aceites usados son los procesos que utilizan sistemas de extracción con disolventes. Estos procesos se utilizan también en muchas instalaciones a nivel mundial, si bien son procesos notablemente diferentes al de la presente solicitud de patente.

Explicación de la invención

El objeto de la invención consiste en un proceso de regeneración de aceites minerales usados, en el que las etapas de desasfaltado y adición de reactivo alcalino se realizan en una columna independiente diseñada especial y exclusivamente para estas funciones. De esta manera, se independiza la fase de desasfaltado de la fase de fraccionamiento,

mientras que la adición del reactivo alcalino pasa de estar en cabeza del proceso a esta unidad. Esta columna se sitúa inmediatamente después de una columna de deshidratación convencional.

5 El desasfaltado y la adición de reactivo alcalino se produce, dentro de la columna, en dos fases sucesivas, de manera que la eficacia del tratamiento alcalino se incrementa al haberse realizado con posterioridad a la eliminación de la mayor parte de los contaminantes con los que podría reaccionar. Se consigue de esta forma una mayor
10 eficacia en la actividad del reactivo, disminuyendo de forma muy importante la cantidad de reactivo y mejorando la calidad de los productos finales obtenidos.

Por otro lado, el hecho de que el reactivo se añada con posterioridad a la extracción de los productos del desasfaltado por el fondo de esta columna, tiene como consecuencia que en la composición de este fondo estén ausentes, tanto el reactivo alcalino, como sus
15 compuestos de reacción, lo cual convierte este producto de desasfaltado en un producto utilizable de mayor calidad, evitando que deba ser gestionado, en muchos casos, como un subproducto de baja calidad, o como un residuo.

A continuación, la fracción destilada junto con el reactivo se llevan a la tercera columna de destilación, donde se separan por la parte inferior los metales contaminantes que todavía han podido ser arrastrados junto con el reactivo y, lateralmente, una serie de fracciones lubricantes que por su alta calidad pueden ser utilizadas sin más tratamiento como bases para la fabricación de lubricantes comerciales.

25 En consecuencia, las ventajas que se obtienen con la utilización del proceso reivindicado son las siguientes:

1) La fracción asfáltica que se extrae del fondo de la columna de desasfaltado no lleva restos del reactivo alcalino ni de los metales o compuestos que reaccionan con este
30 producto. Se obtiene por lo tanto una fracción asfáltica de mucha mayor calidad que permite su empleo en aplicación es no alcanzables con el obtenido con los sistemas existentes.

2) Eliminar la fracción asfáltica antes de la incorporación del reactivo alcalino, permite que este reaccione mucho mejor, puesto que se han eliminado gran parte de los compuestos que se encontraban en el tondo de la destilación y que reaccionaban con este reactivo sin
35 provecho alguno y con un mayor consumo del mismo. Esto da lugar a que el consumo de reactivo es notablemente inferior y la calidad de los productos obtenidos mucho más alta.

3) Como se ha indicado, en los aceites usados que se utilizan como materia prima aparecen cada vez en mayor proporción compuestos sintéticos tipo éster. Estos compuestos son procedentes en gran parte del vaciado de los sistemas hidráulicos. Cuando estos esteres reaccionan con el reactivo alcalino dan lugar a la producción de jabones que dificultan o incluso prohíben el tratamiento de determinados aceites usados.
40 Como en el caso de esta invención el reactivo alcalino se añade después de la etapa de desasfaltado, y, puesto que gran parte de estos esteres se han eliminado como fondo de esta destilación el problema desaparece o se atenúa notablemente lo que permite tratar aceites usados que de otra forma no serían regenerables.

4) La alta calidad de las fracciones obtenidas hace innecesario, o disminuye de forma drástica, el consumo de tierras decolorantes para el acabado de las fracciones teniendo como consecuencia una disminución drástica en la cantidad de residuos y, por consiguiente, en el coste de su eliminación.

Breve descripción de los dibujos

Se representan dos esquemas que ilustran la posibilidad de realización y aplicación de la invención:

5

La figura 1, describe las etapas del proceso completo de regeneración completas, con las tres columnas de destilación: Deshidratación, desasfaltado y fraccionamiento. Adicionalmente, tal como se indica en la propia figura 1 se puede incluir de forma

10

opcional una fase de hidrogenación con objeto de conseguir aceites Grupo II API. La figura 2 describe en detalle la fase de desasfaltado térmico, incluyendo la columna y la aditivación del reactivo, desde la entrada del producto deshidratado hasta el envío a la columna de fraccionamiento.

15 Aplicación de la invención

En la figura 1 se representa un esquema de funcionamiento de una planta de regeneración de aceites usados con tres columnas de destilación, tal como figura en la presente invención. Las fases que indica son las siguientes:

20

- Deshidratación: En esta etapa que es habitual en muchos de los procesos de regeneración se elimina el agua y los hidrocarburos ligeros que se encuentran presentes en el aceite usado. Tanto el agua como los hidrocarburos ligeros se eliminan por evaporación en una columna de destilación, que normalmente trabaja a baja temperatura y vacío moderado. El agua y los disolventes evaporados se condensan y llegan a un decantador donde se separan. El agua se somete a tratamiento para su recuperación o se elimina como residuo. Los hidrocarburos se procesan para su utilización posterior.

25

30

- Desasfaltado y aditivación del reactivo: En esta fase se obtienen tres productos: Componentes tipo asfálticos por el fondo de la columna, corriente de fracción ligera tipo gasoil por la parte superior de la columna y corte de fracciones lubricantes por el centro de la columna. La destilación se realiza a alto vacío (10 mbar) y se consigue la separación de un producto asfáltico que no contiene metales procedentes del reactivo cáustico ni los productos de reacción con el citado reactivo. Esto da lugar a que se obtenga un producto apto para su uso como aditivo asfáltico en la preparación de asfaltos soplados y como componente de telas asfálticas de impermeabilización. La columna está diseñada para conseguir una buena separación de estos componentes asfálticos que no destilan, del resto de los hidrocarburos más ligeros que se extraen por la parte superior mientras que por una extracción lateral se obtiene el corte que comprende todas las fracciones lubricantes. Durante el proceso de desasfaltado se aditiva el reactivo cáustico que reacciona con los compuestos indeseables que destilan a la misma temperatura que el corte de las fracciones lubricantes. La adición del reactivo en línea se ha hecho para facilitar la reacción reactivo-aceite y al mismo tiempo evitar la brusca vaporización del agua que acompaña al reactivo. Esta fase se explica más detalladamente en la figura 2.

35

40

45

50

- Desmetalizado-Fraccionamiento: Destilación fraccionada a alto vacío del producto aditivado (Tercera destilación), obteniéndose una mínima corriente de fondo residual y tres tipos de corte de bases lubricantes de elevada calidad. El diseño y funcionamiento de esta tercera columna de destilación permite la eliminación de un residuo semisólido por la parte inferior de la columna y la obtención de las bases lubricantes por las extracciones laterales. Sin embargo, el fondo de columna residual

representa un volumen mucho menor que en otras tecnologías debido a la existencia en el proceso de una fase de desasfaltado independiente.

- Tratamiento de Hidrogenación a alta presión: Esta etapa es opcional y solamente en caso de que se desee obtener bases del Grupo II API. No obstante, esta invención hace que disminuyan notablemente los consumos de catalizadores e hidrógeno en la fase de hidrogenación respecto a los procesos con dos destilaciones.

La figura 2 representa de forma detallada la fase de desasfaltado y aditivación del reactivo cáustico, según se describe a continuación:

- El aceite que proviene de la fase de deshidratación se almacena previamente en un tanque de alimentación (1). Este tanque está provisto de aislamiento para evitar el enfriamiento de aceite y, con objeto de homogeneizarlo y mantener su temperatura en 120°C, existe un equipo de recirculación provisto de bomba (2) y un calentador (3).
- Posteriormente, con una bomba de alta presión (4), se envía el aceite al horno (5). La temperatura del aceite se eleva a 360°C y, a través de la línea transfer llega a la columna (6). Un equipo de vacío permite que la Zona de Flash de esta columna este a una presión absoluta de 10 mm de mercurio. En estas condiciones de presión-temperatura se realiza una separación de todos aquellos compuestos que no destilan los cuales se extraen por la parte inferior de la columna mediante la bomba (7).
- La fracción de fondo está compuesta fundamentalmente por hidrocarburos de alto punto de destilación, aditivos presentes en el aceite lubricante inicial que se incorporaron para mejorar las características del mismo (detergentes, antioxidantes, etc.) así como los aditivos mejoradores de índice de viscosidad utilizados en los aceites multigrado. También están presentes otros contaminantes tales como polvo, carbón, etc. que contaminan el aceite usado y hacen necesario su cambio. Esta fracción fondo de la destilación puede ser utilizada en diversos usos, tales como componente en la fabricación de impermeabilizantes para telas asfálticas, y aplicaciones similares. También puede ser utilizada como combustible en instalaciones en las que sus equipos lo permitan.
- La fracción volátil en las condiciones de la Zona de Flash pasa a la parte inmediatamente superior de la columna y allí se encuentra con una corriente descendente de líquido frío que produce la condensación parcial de la misma.
- La fracción condensada se extrae con la bomba (8). Esta bomba envía el aceite al refrigerante (9) y una parte del mismo se envía nuevamente a la columna (6). En controlador de nivel situado en la columna envía el exceso de producto (aceite desmetalizado) al tanque de almacenamiento intermedio (10).
- A la corriente que se recircula a la columna se le incorpora mediante la Bomba (11) una determinada cantidad de solución de Reactivo, que se mezcla y homogeniza en el mezclador (12). Con la incorporación de este reactivo se mejoran notablemente las características de las fracciones destiladas.
- La columna está diseñada específicamente para evitar que se produzca ensuciamiento a causa del aditivo cáustico y de los compuestos de reacción de este reactivo con los componentes presentes en los destilados con los que actúa este reactivo.

- Por lo tanto, en lugar de relleno o platos, se ha diseñado con deflectores inclinados, estos deflectores están perforados para mejorar el intercambio vapor/líquido, así como para disminuir el ensuciamiento de los mismos.
- 5 - La parte que no condensa de los vapores ascendentes pasa a la parte superior de la columna, en donde se encuentra con otra corriente descendente fría. Esta corriente fría proviene de la recirculación del líquido mediante la bomba (13) que hace pasar la corriente a través del Refrigerante (14).
- 10 - El exceso de producto, indicado por un controlador de nivel, se lleva al tanque de almacenamiento de gasoil.
- El vapor de agua que no condensa en las condiciones mantenidas en la parte superior de la columna y algunos hidrocarburos incondensables llegan al
15 condensador (15). Este condensador se alimenta con líquido refrigerante (Brine) a 2°C para condensar la mayor parte de agua e hidrocarburos ligeros con lo que consigue un mejor vacío y una disminución del tamaño del equipo de vacío.
- Los vapores incondensados llegan al equipo de vacío (16) que está compuesta por
20 una Bomba de Anillo Líquido y dos Boosters. Todos los condensados, así como los vapores incondensables se retornan a llevan al decantador (17) de la fase de deshidratación para su separación y tratamiento.
- Por tanto, en la fase de desasfaltado se obtienen las siguientes fracciones:
25
 - 1) Agua e hidrocarburos ligeros: En los condensadores de cabeza.
 - 2) Gasoil: En la parte superior de la columna.
 - 30 3) Aceites desmetalizados: En la parte central de la columna.
 - 4) Fracción Fondo: En la parte inferior de la columna.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Nuevo procedimiento para la regeneración de aceites minerales usados con triple destilación que consiste en una columna de deshidratación, una columna de desasfaltado y una columna de fraccionamiento.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación anterior en que la columna de desasfaltado incluye un procedimiento para la aditivación de reactivo cáustico con posterioridad a la extracción de los compuestos contaminantes presentes en el aceite usado.
- 15 3. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en que la aditivación del reactivo cáustico se produce a bajas concentraciones, inferiores al 3%.
4. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, donde las fracciones destiladas reciben un tratamiento con hidrógeno.

Figura 1

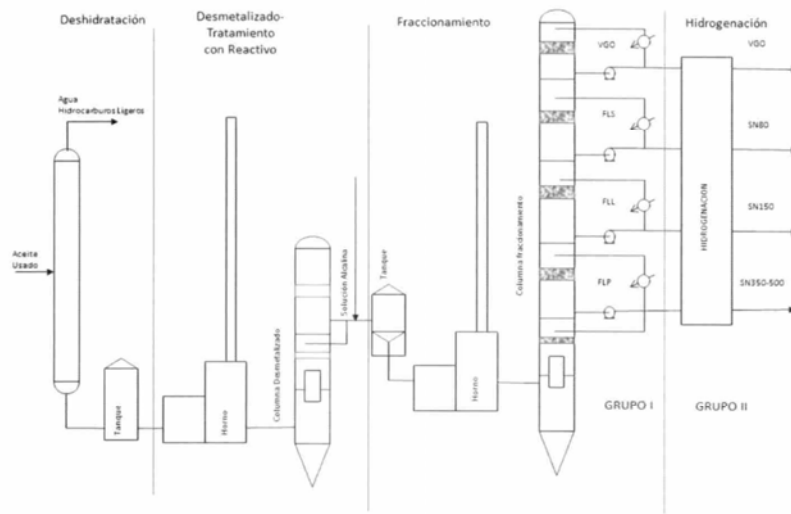
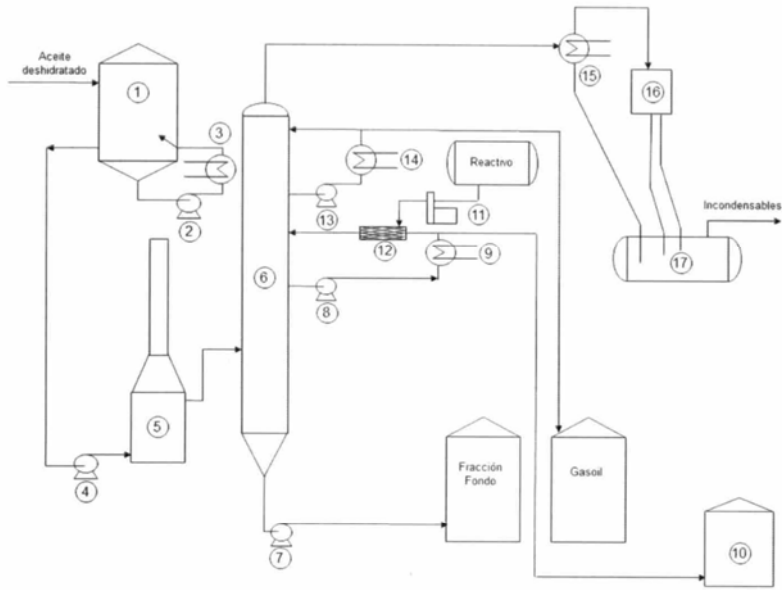


Figura 2





②¹ N.º solicitud: 201600114

②² Fecha de presentación de la solicitud: 15.02.2016

③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤¹ Int. Cl.: **C10M175/02** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	EP 0574272 A2 (CHEMICAL ENGINEERING PARTNERS CHEMICAL ENGINEERING PARTNERS) 15/12/1993, resumen; reivindicación 1; figura 1	1-4
X	ES 2222051T T3 (MINERALOL RAFFINERIE DOLLBERGE)16/01/2005, página 3; reivindicación 1	1-4
A	ES 476872 A1 (SNAM PROGETTI) 01/06/1979, todo el documento	1-4
A	WO 2015067828 A1 (SENER ING & SIST) 14/05/2015, todo el documento	1-4
A	WO 2010050901 A1 (ANND A ENERGY PTE LTD et al.) 06/05/2010, todo el documento	1-4

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
18.10.2016

Examinador
M. Ojanguren Fernández

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C10M

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 18.10.2016

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-4	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-4	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	EP 0574272 A2 (CHEMICAL ENGINEERING PARTNERS CHEMICAL ENGINEERING PARTNERS)	15.12.1993
D02	ES 2222051T T3 (MINERALOL RAFFINERIE DOLLBERGE)	16.01.2005

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la regeneración de aceites usados mediante una triple destilación.

El documento D1 divulga un procedimiento para la producir bases lubricantes a partir de aceites lubricantes ya utilizados. El procedimiento consta de una primera etapa en la que se retira el agua y los hidrocarburos ligeros, una segunda etapa en la que se añade un aditivo alcalino y donde se separan en primer lugar la fracción ligera (gasoil) y por otro lado la fracción pesada o asfáltica quedando una fracción de lubricante que es sometida primero a un tratamiento de hidrogenación y a continuación a una destilación fraccionada.(ver fig. 1).

El documento D2 divulga un procedimiento para la recuperación de aceites minerales usados en el que se realiza también una triple destilación. En primer lugar el aceite usado se destila para separar las fracciones orgánicas de bajo punto de ebullición y el agua. a continuación la fracción obtenida se trata con una lejía de potasa y se somete a una segunda destilación donde se separan las fracciones de aceite combustible y diesel y por último someter la fracción resultante a una destilación fraccionada con objeto de obtener fracciones de aceites lubricantes con diferentes rangos de viscosidad.

Por lo tanto, a la vista de estos documentos, las reivindicaciones 1 a 4 de la presente solicitud carecen de novedad y de actividad inventiva (Art. 6.1 y 8.1 LP).