

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 688 429**

51 Int. Cl.:

<b>B01J 29/04</b>	(2006.01)
<b>B01J 29/74</b>	(2006.01)
<b>C10G 69/00</b>	(2006.01)
<b>C10G 65/04</b>	(2006.01)
<b>C10G 45/08</b>	(2006.01)
<b>C10G 45/12</b>	(2006.01)
<b>C10G 45/62</b>	(2006.01)
<b>C10G 45/64</b>	(2006.01)
<b>C10M 171/02</b>	(2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.10.2003 PCT/US2003/033320**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.04.2004 WO04033597**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2003 E 03777738 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.07.2018 EP 1551942**

54 Título: **Procedimiento para preparar aceites de base que tienen un índice de viscosidad elevado**

30 Prioridad:

**08.10.2002 US 416865 P**

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

**02.11.2018**

73 Titular/es:

**EXXONMOBIL RESEARCH AND ENGINEERING  
COMPANY (100.0%)  
1545 Route 22 East P.O. Box 900  
Annandale, NJ 08801-0900, US**

72 Inventor/es:

**CODY, IAN, A.;  
MURPHY, WILLIAM, J.;  
HANTZER, SYLVAIN, S.;  
LARKIN, DAVID, W.;  
GALLAGHER, JOHN, E., JR. y  
KIM, JEENOK, T.**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 688 429 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 preparar aceites de base que tienen un índice de viscosidad elevado

### CAMPO DE LA INVENCIÓN

5 Esta invención se refiere a un procedimiento para preparar aceites de base de aceite lubricante que tienen un índice de viscosidad (VI) elevado a partir de alimentaciones que contienen parafina. Más particularmente, una materia prima que contiene parafina se hidrata en condiciones suaves, se hidrodesparafina catalíticamente, y opcionalmente se hidroacaba.

### ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

10 Históricamente, los productos de aceites lubricantes para uso en aplicaciones tales como aceites de motores de automoción han usado aditivos para mejorar las propiedades específicas de los aceites de base usados para preparar los productos acabados. Con la llegada de mayores preocupaciones medioambientales, han aumentado los requisitos de comportamiento de los propios aceites de base. Los requisitos del American Petroleum Institute (API) para aceites de base del Grupo II incluyen un contenido de saturados de al menos 90%, un contenido de azufre de 0,03% en peso o menos, y un índice de viscosidad (VI) entre 80 y 120. Los requisitos para los aceites de base del Grupo III son aquellos de los aceites de base del Grupo II, excepto que el VI es al menos 120.

Las técnicas convencionales para preparar aceites de base, tales como hidrocraqueo o extracción con disolventes, requieren condiciones de operación severas tales como presión y temperatura elevadas o relaciones elevadas de disolvente:aceite y temperaturas elevadas de extracción para alcanzar estas mayores calidades de aceites de base. Cualquiera de las alternativas implica condiciones de operación caras y rendimientos bajos.

20 El hidrocraqueo se ha combinado con el hidrotatamiento como una etapa preliminar. Sin embargo, esta combinación también da como resultado menores rendimientos de aceites lubricantes debido a la conversión en destilados que acompañan típicamente el procedimiento de hidrocraqueo.

25 El documento EP0776959 describe un procedimiento para producir aceites de base lubricantes a partir de ceras de Fischer Tropsch, y en particular aceites de base lubricantes que tienen un VI de al menos 150, en presencia de un catalizador de desparafinado que comprende ZSM-23.

Sería deseable tener un procedimiento económico para preparar aceites de base del Grupo III con rendimientos elevados minimizando la conversión en destilados de bajo punto de ebullición, mientras que al mismo tiempo produzca un producto que tenga excelentes propiedades a baja temperatura, elevado VI y elevada estabilidad.

### SUMARIO DE LA INVENCIÓN

30 La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar un aceite de base de aceite lubricante que tiene un VI de al menos alrededor de 135, que comprende:

35 (1) hidrotatar una materia prima de aceite lubricante que tiene un contenido de parafina de al menos alrededor de 60% en peso, basado en la materia prima, con un catalizador de hidrotatamiento en condiciones de hidrotatamiento eficaces de manera que menos de 5% en peso de la materia prima se convierta en productos de 650°F (343°C) menos, para producir una materia prima hidrotatada cuyo incremento de VI es menor que 4 veces mayor que el VI de la materia prima;

(2) extraer la materia prima hidrotatada para separar el producto gaseoso del producto líquido; y

40 (3) hidrodesparafinar el producto líquido con un catalizador de desparafinado en condiciones de hidrodesparafinado catalíticamente eficaces, en el que el catalizador de desparafinado es ZSM-48 y contiene al menos un metal noble del Grupo 9 o Grupo 10.

Una realización se refiere a un procedimiento para preparar un aceite de base de aceite lubricante que tiene un VI de al menos alrededor de 135, que comprende:

45 (1) hidrotatar una materia prima de aceite lubricante que tiene un contenido de parafina de al menos alrededor de 60% en peso, basado en la materia prima, con un catalizador de hidrotatamiento en condiciones de hidrotatamiento eficaces de manera que menos de 5% en peso de la materia prima se convierta en productos de 650°F (343°C) menos, para producir una materia prima hidrotatada cuyo incremento de VI es menor que 4 veces mayor que el VI de la materia prima;

(2) extraer la materia prima hidrotatada para separar el producto gaseoso del producto líquido;

50 (3) hidrodesparafinar el producto líquido con un catalizador de desparafinado en condiciones de hidrodesparafinado catalíticamente eficaces, en el que el catalizador de desparafinado es ZSM-48 y contiene al menos un metal noble del Grupo 9 o Grupo 10; y

(4) hidroacabar el producto de la etapa (3) con un catalizador de hidroacabado mesoporoso de la familia M41S en condiciones de hidroacabado.

Otra realización se refiere a un procedimiento para preparar un aceite de base de aceite lubricante que tiene un VI de al menos alrededor de 135, que comprende:

- 5 (1) hidrotrotar una materia prima de aceite lubricante que tiene un contenido de parafina de al menos alrededor de 60% en peso, basado en la materia prima, con un catalizador de hidrotrotamiento en condiciones de hidrotrotamiento eficaces de manera que menos de 5% en peso de la materia prima se convierta en productos de 650°F (343°C) menos, para producir una materia prima hidrotrotada cuyo incremento de VI es menor que 4 veces mayor que el VI de la materia prima;
- 10 (2) extraer la materia prima hidrotrotada para separar el producto gaseoso del producto líquido;
- (3) hidrodessparafinar el producto líquido con un catalizador de dessparafinado, que es ZSM-48, en condiciones de hidrodessparafinado catalíticamente eficaces, en el que el catalizador de dessparafinado contiene al menos un metal noble del Grupo 9 o Grupo 10; y
- (4) hidroacabar el producto de la etapa (3) con MCM-41 en condiciones de hidroacabado.
- 15 Los aceites de base según la invención cumplen los requisitos de un aceite de base del Grupo III, y se pueden preparar con rendimientos elevados mientras que al mismo tiempo poseen excelentes propiedades tales como VI elevado y bajo punto de vertido.

#### BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Figura es un diagrama de flujo esquemático del procedimiento.

#### 20 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

##### Alimentaciones

La alimentación usada en el procedimiento de la invención son alimentaciones que contienen parafina, que hierven en el intervalo de los aceites lubricantes, que tienen típicamente un punto de destilación 10% mayor que 650°F (343°C), medido mediante ASTM D 86 o ASTM 2887, y derivan de fuentes minerales o sintéticas. El contenido de parafina de la alimentación es al menos 50% en peso, basado en la alimentación, y puede alcanzar hasta 100% en peso de parafina. El contenido de parafina de una alimentación se puede determinar mediante espectroscopía de resonancia magnética nuclear (ASTM D5292), mediante métodos de ndM correlativos (ASTM D3238), o por medios disolventes (ASTM D3235). Las alimentaciones de parafina pueden derivar de un número de fuentes, tales como aceites derivados de procedimientos del refinado con disolventes, tales como refinados, aceites parcialmente desparafinados con disolventes, aceites desasfaltados, destilados, gasóleos de vacío, gasóleos de coquizador, ceras residuales, aceites de desaceitado de parafinas y similares, y ceras de Fischer-Tropsch. Las alimentaciones preferidas son ceras residuales y ceras de Fischer-Tropsch. Las ceras residuales derivan típicamente de alimentaciones de hidrocarburos mediante el desparafinado con disolventes o con propano. Las ceras residuales contienen algo de aceite residual, y están típicamente desaceitadas. Los aceites de desaceitado de parafinas derivan de ceras residuales desaceitadas. Las ceras de Fischer-Tropsch se preparan mediante el procedimiento de síntesis de Fischer-Tropsch.

Las alimentaciones pueden tener contenidos elevados de contaminantes de nitrógeno y azufre. En el presente procedimiento se pueden procesar alimentaciones que contienen hasta 0,2% en peso de nitrógeno, basado en la alimentación, y hasta 3,0% en peso de azufre. Las alimentaciones que tienen un contenido elevado de parafina tienen típicamente índices de viscosidad elevados, de hasta 200 o más. Los contenidos de azufre y nitrógeno se pueden medir mediante métodos estándar de ASTM D5453 y D4629, respectivamente.

Para alimentaciones derivadas de la extracción con disolventes, las fracciones del petróleo de alto punto de ebullición procedentes de la destilación atmosférica se envían a una unidad de destilación a vacío, y las fracciones de la destilación procedentes de esta unidad se extraen con disolventes. El residuo de la destilación a vacío se puede desasfaltar. El procedimiento de extracción con disolventes disuelve selectivamente los componentes aromáticos en una fase de extracto, a la vez que deja los componentes más parafínicos en una fase de refinado. Los naftenos se distribuyen entre las fases de extracto y de refinado. Los disolventes típicos para la extracción con disolventes incluyen fenol, furfural y N-metilpirrolidona. Controlando la relación de disolvente a aceite, la temperatura de extracción y el método de puesta en contacto del destilado a extraer con el disolvente, se puede controlar el grado de separación entre las fases de extracto y de refinado.

##### Hidrotrotamiento

Para el hidrotrotamiento, los catalizadores son aquellos eficaces para el hidrotrotamiento, tales como catalizadores que contienen metales del Grupo 6 (basado en el formato de la Tabla Periódica de la IUPAC que tiene Grupos de 1 a 18), metales de los Grupos 8-10, y sus mezclas. Los metales preferidos incluyen níquel, volframio, molibdeno,

5 cobalto, y sus mezclas. Estos metales o mezclas de metales están presentes típicamente como óxidos o sulfuros sobre soportes de óxidos metálicos refractarios. La mezcla de metales también puede estar presente como catalizadores metálicos desordenados, en los que la cantidad de metal es 30% en peso o mayor, basado en el catalizador. Los soportes de óxidos metálicos adecuados incluyen óxidos tales como sílice, alúmina, sílice-alúminas o titania, preferiblemente alúmina. Las alúminas preferidas son alúminas porosas tales como gamma o eta. La cantidad de metales, ya sea individualmente o en mezclas, oscila desde alrededor de 0,5 hasta 35% en peso, basado en el catalizador. En el caso de mezclas preferidas de metales de los Grupos 9-10 con metales del Grupo 6, los metales de los Grupos 9-10 están presentes en cantidades de 0,5 a 5% en peso, basado en el catalizador, y los metales del Grupo 6 están presentes en cantidades de 5 a 30% en peso. Las cantidades de metales se pueden medir mediante espectroscopía de absorción atómica, espectrometría de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente, u otros métodos especificados por ASTM para metales individuales.

15 La acidez de los soportes de óxidos metálicos se puede controlar añadiendo promotores y/o dopantes, o controlando la naturaleza del soporte del óxido metálico, por ejemplo controlando la cantidad de sílice incorporada en un soporte de sílice-alúmina. Los ejemplos de promotores y/o dopantes incluyen halógeno, especialmente flúor, fósforo, boro, itria, óxidos de tierras raras, y magnesia. Los promotores, tales como halógenos, generalmente incrementan la acidez de los soportes de óxidos metálicos, mientras que los dopantes levemente básicos, tales como itria o magnesia tienden a disminuir la acidez de tales soportes.

20 Las condiciones de hidrotratamiento incluyen temperaturas de 150 a 400°C, preferiblemente 200 a 350°C, una presión parcial de hidrógeno de 1480 a 20786 kPa (200 a 3000 psig), preferiblemente 2859 a 13891 kPa (400 a 2000 psig), una velocidad espacial horaria del líquido (LHSV) de 0,1 a 10, preferiblemente 0,1 a 5 LHSV, y una relación de hidrógeno a alimentación de 89 a 1780 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> (500 a 10000 scf/B), preferiblemente 178 a 890 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>.

25 El hidrotratamiento reduce la cantidad de contaminantes que contienen nitrógeno y azufre hasta niveles que no afectarán de forma inaceptable al catalizador de desparafinado en la etapa de desparafinado subsiguiente. También, puede haber ciertas especies aromáticas polinucleares que pasarán a través de la presente etapa de hidrotratamiento suave. Si están presentes, estos contaminantes se eliminarán en una etapa de hidroacabado subsiguiente.

30 Durante el hidrotratamiento, menos del 5% en peso de la materia prima, preferiblemente menos de 3% en peso, más preferiblemente menos de 2% en peso, se convierte en productos 650°F (343°C) menos, para producir una materia prima hidrotratada cuyo incremento de VI es menor que 4, preferiblemente menor que 3, más preferiblemente menor que 2 mayor que el VI de la materia prima. Los elevados contenidos de parafina de las presentes alimentaciones dan como resultado un incremento mínimo del VI durante la etapa de hidrotratamiento.

La materia prima hidrotratada se puede hacer pasar directamente a la etapa de desparafinado, o preferiblemente, se extrae para eliminar contaminantes gaseosos tales como sulfuro de hidrógeno y amoníaco antes del desparafinado. La extracción puede ser por medios convencionales, tales como tambores de evaporación o fraccionadores.

### 35 Catalizador de desparafinado

El catalizador de desparafinado es ZSM-48. El ZSM-48 está preferiblemente en forma hidrogenada. La reducción se puede producir in situ durante la propia etapa de desparafinado, o se puede producir ex situ en otra vasija.

40 Los catalizadores de desparafinado son bifuncionales, es decir, se cargan con un componente de hidrogenación metálico, que es al menos un metal del Grupo 6, al menos un metal del Grupo 8-10, o mezclas de los mismos. Los metales preferidos son metales de los Grupos 9-10. Se prefieren especialmente metales nobles de los Grupos 9-10, tales como Pt, Pd, o sus mezclas (basado en el formato de la Tabla Periódica de la IUPAC que tiene Grupos de 1 a 18). Estos metales se cargan en una cantidad de 0,1 a 30% en peso, basado en el catalizador. Los métodos de preparación del catalizador y de la carga del metal se describen, por ejemplo, en la patente US n° 6.294.077, e incluyen, por ejemplo, intercambio iónico e impregnación usando sales metálicas que se pueden descomponer. Las técnicas de dispersión metálica y el control del tamaño de las partículas del catalizador se describen en la patente US n° 5.282.958. Se prefieren catalizadores con un tamaño pequeño de partículas y metal bien disperso.

50 El tamiz molecular ZSM-48 está compuesto típicamente con materiales aglutinantes que son resistentes a temperaturas elevadas, que se pueden emplear en condiciones de desparafinado para formar un catalizador de desparafinado acabado, o puede estar libre de aglutinantes (autounidos). Los materiales aglutinantes son habitualmente óxidos inorgánicos tales como sílice, alúmina, sílice-alúminas, combinaciones binarias de sílices con otros óxidos metálicos tales como titania, magnesia, toria, zirconia, y similares, y combinaciones terciarias de estos óxidos, tales como sílicealúmina-toria y sílice-alúmina-magnesia. La cantidad de tamiz molecular en el catalizador de desparafinado acabado es de 10 a 100, preferiblemente 35 a 100% en peso, basado en el catalizador. Tales catalizadores se forman mediante métodos tales como secado por pulverización, extrusión, y similares. El catalizador de desparafinado se puede usar en forma sulfurada o no sulfurada, y preferiblemente está en forma sulfurada.

55 Las condiciones de desparafinado incluyen temperaturas de 250 – 400°C, preferiblemente 275 a 350°C, presiones de 791 a 20786 kPa (100 a 3000 psig), preferiblemente 1480 a 17339 kPa (200 a 2500 psig), velocidades espaciales

horarias del líquido de 0,1 a 10 h<sup>-1</sup>, preferiblemente 0,1 a 5 h<sup>-1</sup>, y relaciones de gas de tratamiento del hidrógeno de 45 a 1780 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> (250 a 10000 scf/B), preferiblemente 89 a 890 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> (500 a 5000 scf/B).

#### Hidroacabado

5 Al menos una porción del producto procedente del desparafinado se hace pasar directamente a una etapa de hidroacabado sin desacoplamiento. Se prefiere hidroacabar el producto que resulta del desparafinado, a fin de  
ajustar las calidades del producto a las especificaciones deseadas. El hidroacabado es una forma de  
hidrotratamiento suave dirigida a saturar cualesquiera olefinas del intervalo de lubricante y aromáticos residuales, así  
como para eliminar cualesquiera heteroátomos que queden y cuerpos coloreados. El hidroacabado tras el  
desparafinado se lleva a cabo habitualmente en cascada con la etapa de desparafinado. Generalmente, el  
10 hidroacabado se llevará a cabo a temperaturas de alrededor de 150°C a 350°C, preferiblemente 180°C a 250°C. Las  
presiones totales son típicamente de 2859 a 20786 kPa (alrededor de 400 a 3000 psig). La velocidad espacial  
horaria del líquido es típicamente de 0,1 a 5 LHSV (h<sup>-1</sup>), preferiblemente 0,5 a 3 h<sup>-1</sup>, y las relaciones de gas de  
tratamiento del hidrógeno de 44,5 a 1780 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> (250 a 10000 scf/B).

15 Los catalizadores de hidroacabado son aquellos que contienen metales del Grupo 6 (basado en el formato de la  
Tabla Periódica de la IUPAC que tiene Grupos de 1 a 18), metales de los Grupos 8-10, y sus mezclas. Los metales  
preferidos incluyen al menos un metal noble que tiene una fuerte función de hidrogenación, especialmente platino,  
paladio, y sus mezclas. La mezcla de metales también puede estar presente como catalizadores metálicos  
desordenados, en la que la cantidad de metal es 30% en peso o mayor, basado en el catalizador. Los soportes de  
óxidos metálicos adecuados incluyen óxidos poco ácidos, tales como sílice, alúmina, sílice-alúminas o titanía,  
20 preferiblemente alúmina. Los catalizadores de hidroacabado preferidos para la saturación de aromáticos  
comprenderán al menos un metal que tenga una función de hidrogenación relativamente fuerte, sobre un soporte  
poroso. Los materiales soporte típicos incluyen materiales de óxidos amorfos o cristalinos tales como alúmina, sílice,  
y sílice-alúmina. El contenido metálico del catalizador es a menudo tan elevado como alrededor de 20 por ciento en  
peso para metales no nobles. Los metales nobles están presentes habitualmente en cantidades no mayores que  
25 alrededor de 1% en peso.

El catalizador de hidroacabado es preferiblemente un material mesoporoso que pertenece a la clase o familia de  
catalizadores M41S. La familia M41S de catalizadores son materiales mesoporosos que tienen contenidos elevados  
de sílice cuya preparación se describe además en J. Amer. Chem. Soc., 1992, 114, 10834. Los ejemplos incluyen  
MCM-41, MCM-48 y MCM-50. Mesoporoso se refiere a catalizadores que tienen tamaños de poros de 15 a 100 Å.  
30 Un miembro preferido de esta clase es MCM-41, cuya preparación se describe en la patente US nº 5.098.684. MCM-  
41 es una fase inorgánica, porosa, no estratificada, que tiene una disposición hexagonal de poros de tamaños  
uniformes. La estructura física de MCM-41 es como un haz de pajas en el que la abertura de las pajas (el diámetro  
celular de los poros) oscila de 15 a 100 Angstroms. MCM-48 tiene una simetría cúbica, y se describe, por ejemplo,  
en la patente US nº 5.198.203, mientras que MCM-50 tiene una estructura laminar. MCM-41 se puede obtener con  
35 aberturas de poros de tamaños diferentes en el intervalo mesoporoso. Los materiales mesoporosos pueden portar  
un componente de hidrogenación metálico, que es al menos uno de los metales del Grupo 8, Grupo 9 o Grupo 10.  
Se prefieren metales nobles, especialmente metales nobles del Grupo 10, lo más preferible Pt, Pd, o sus mezclas.

40 Generalmente, el hidroacabado se llevará a cabo a temperaturas de alrededor de 150°C a 350°C, preferiblemente  
180°C a 250°C. Las presiones totales son típicamente de 2859 a 20786 kPa (alrededor de 400 a 3000 psig). La  
velocidad espacial horaria del líquido es típicamente de 0,1 a 5 LHSV (h<sup>-1</sup>), preferiblemente 0,5 a 3 h<sup>-1</sup>, y las  
relaciones de gas de tratamiento del hidrógeno de 44,5 a 1780 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> (250 a 10.000 scf/B).

45 Los productos que resultan del procedimiento según la invención tienen índices de viscosidad muy elevados y se  
pueden producir con rendimientos elevados a partir de alimentaciones parafínicas. De este modo, se pueden  
obtener aceites de base de lubricantes que tienen VIs de 145 o mayor con excelentes propiedades a baja  
temperatura.

Haciendo referencia ahora a la Figura, una materia prima parafínica, tal como cera residual, se alimenta a través de  
la línea 10 a una unidad de hidrotratamiento 14. Se añade hidrógeno a la unidad de hidrotratamiento 14 a través de  
la línea 12. El hidrotratador 14 se carga con un lecho de catalizador de hidrotratamiento 16. La materia prima  
hidrotratada se conduce a través de la línea 18 al extractor 20, y los gases ligeros se eliminan a través de la línea  
50 22. El producto líquido se envía entonces desde el extractor 20 a través de la línea 24 a una unidad de  
hidrodesparafinado 28. Se añade hidrógeno adicional a través de la línea 26. La unidad de hidrodesparafinado 28 se  
carga con un lecho de catalizador de hidrodesparafinado 30. El producto hidrodesparafinado se envía entonces a  
través de la línea 32 a la unidad de hidroacabado 34, que se carga con un lecho de catalizador de hidroacabado 36.  
55 El producto hidroacabado se envía entonces a través de la línea 38 al extractor de vacío 40. Los productos ligeros  
se eliminan a través de la línea 42, y el producto líquido que queda se envía a través de la línea 44 a una unidad de  
destilación de vacío (no mostrada).

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos, que no están destinados a ser limitantes.

#### EJEMPLOS

**Ejemplo 1**

Este ejemplo ilustra que las alimentaciones limpias del procesamiento con un catalizador de hidrodesparafinado azufrado pueden producir un aceite desparafinado de alta calidad con rendimiento excelente. La alimentación es una cera residual 150 N hidrotratada a una severidad baja de 240°C, cuyas propiedades se dan en la Tabla 1. La viscosidad se midió usando ensayos de ASTM estándar (D445-94 y D2270-91) usando un viscosímetro automatizado Houillon con una repetibilidad de 0,5%. Los puntos de vertido se determinan mediante ensayo de ASTM estándar (D 97). Los contenidos de azufre y nitrógeno se pueden medir mediante los métodos de ASTM estándar D5453 y D4629, respectivamente. Los límites de error para el rendimiento y los puntos de vertido son ± 1 y ± 3, respectivamente.

Tabla 1

Viscosidad, cSt at 100°C	3,6
Nitrógeno, Wppm	0,4
Azufre, Wppm	120
Aceite en cera, % en peso	7,0

La alimentación de la Tabla 1 se hidrotrató con el catalizador de Akzo Nobel KF848 en las siguientes condiciones de hidrotratamiento: 240°C, LHSV de 0,7 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), relación de tratamiento de 1500 scf/B H<sub>2</sub> (267 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El rendimiento del producto hidrotratado 370°C+ fue 94,4% en peso en la alimentación. Las propiedades del producto hidrotratado se dan en la Tabla 2.

Tabla 2

Viscosidad cSt a 100°C	3,6
Nitrógeno, Wppm	0,1
Azufre, Wppm	2

El producto hidrotratado se hidrodesparafinó con un catalizador ZSM-48 azufrado ex-situ, en las siguientes condiciones: 1 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El catalizador ZSM-48 unido con 35% en peso de alúmina se cargó con 0,6% en peso de Pt como metal, y se azufró ex-situ con 400 ppm de H<sub>2</sub>S en nitrógeno hasta la aparición de H<sub>2</sub>S. Los resultados del hidrodesparafinado se dan en la Tabla 3.

Tabla 3

Temp. Media del Reactor °C	329
Rendimiento de 370°C+, % en peso en la alimentación al Hidrodesparafinador (HDW)	53,8
Propiedades del producto 370°C+	
Viscosidad a 100°C (cSt)	3,3
VI	136
Punto de vertido (°C)	-21

El producto hidrodesparafinado se hidroacabó usando, como catalizador de hidroacabado, un MCM-41 que contiene Pt/Pd. El producto hidrodesparafinado se hidroacabó en las siguientes condiciones: 200°C, LHSV de 2,5 v/v/h, 1000 psig de H<sub>2</sub> (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El hidroacabado, que usa el catalizador MCM-41, permitió la reducción de los aromáticos totales hasta esencialmente cero sin afectar a las otras propiedades del producto desparafinado. Esto es debido a la elevada actividad de saturación de este catalizador a bajas temperaturas. Los productos desparafinados en este y en Ejemplos subsiguientes se hidroacabaron de esta manera.

**Ejemplo 2**

## ES 2 688 429 T3

Este ejemplo ilustra que alimentaciones limpias del procesamiento con un catalizador de hidrodesparafinado azufrado pueden producir un aceite desparafinado de alta calidad con excelente rendimiento. La alimentación es una cera residual 150 N cuyas propiedades se dan en la Tabla 4. La alimentación se hidrotrató a una severidad mucho mayor de 345°C.

5

Tabla 4

Viscosidad, cSt a 100°C	3,6
Nitrógeno, Wppm	0,4
Azufre, Wppm	120
Aceite en cera, % en peso	7,0

La alimentación de la Tabla 4 se hidrotrató con el catalizador de Akzo Nobel KF848 en las siguientes condiciones de hidrotratamiento: 345°C, 0,7 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 1500 scf/B H<sub>2</sub> (267 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El rendimiento de los productos hidrotratados 370°C+ fue 93,2% en peso en la alimentación. Las propiedades de los productos hidrotratados se dan en la Tabla 5.

10

Tabla 5

Viscosidad, cSt a 100°C	3,4
Nitrógeno, Wppm	0,1
Azufre, Wppm	0

El producto hidrotratado se hidrodesparafinó con un catalizador ZSM-48 azufrado ex-situ, en las siguientes condiciones: 1 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El catalizador ZSM-48 (Ejemplo 1) se azufró ex-situ con 400 ppm de H<sub>2</sub>S en nitrógeno hasta la aparición de H<sub>2</sub>S. Los resultados del hidrodesparafinado se dan en la Tabla 6.

15

Tabla 6

Temp. Media del Reactor °C	329
Rendimiento de 370°C+, % en peso en la alimentación al Hidrodesparafinador (HDW)	52,6
Propiedades del producto 370°C+	
Viscosidad a 100°C (cSt)	3,3
VI	134
Punto de vertido (°C)	-26

### Ejemplo 3

20

Este ejemplo ilustra que alimentaciones limpias del procesamiento sobre un catalizador reducido de hidrodesparafinado pueden producir un aceite desparafinado de alta calidad con excelente rendimiento. La alimentación es una cera residual 150 N cuyas propiedades se dan en la Tabla 7.

Tabla 7

Viscosidad, cSt a 100°C	3,6
Nitrógeno, Wppm	0,4
Azufre, Wppm	120
Aceite en cera, % en peso	7,0

## ES 2 688 429 T3

La alimentación de la Tabla 7 se hidrotrató con el catalizador de Akzo Nobel KF848 en las siguientes condiciones de hidrotratamiento: 345°C, 0,7 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 1500 scf/B H<sub>2</sub> (267 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El rendimiento de los productos hidrotratados 370°C+ fue 93,9% en peso en la alimentación. Las propiedades de los productos hidrotratados se dan en la Tabla 8.

5

Tabla 8

Viscosidad, cSt a 100°C	3,4
Nitrógeno, Wppm	0,1
Azufre, Wppm	0

El producto hidrotratado se hidrodesparafinó con un catalizador ZSM-48 reducido en las siguientes condiciones: 1 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). Los resultados del hidrodesparafinado se dan en la Tabla 9.

Tabla 9

Temp. Media del Reactor °C	330	332
Rendimiento de 370°C+, % en peso en la alimentación al HDW	64,9	61,8
Propiedades del producto 370°C+		
Viscosidad a 100°C (cSt)	3,3	3,2
VI	140	136
Punto de vertido (°C)	-18	-23

10

### Ejemplo 4

Este ejemplo ilustra que alimentaciones ligeras limpias del procesamiento sobre un catalizador de hidrodesparafinado azufrado pueden producir un aceite desparafinado de alta calidad con excelente rendimiento. La alimentación es una cera residual 150 N con mayor contenido de aceite cuyas propiedades se dan en la Tabla 10.

15

Tabla 10

Viscosidad, cSt a 100°C	3,7
Nitrógeno, Wppm	2
Azufre, Wppm	252
Aceite en cera, % en peso	13,5

La alimentación de la Tabla 10 se hidrotrató con el catalizador de Akzo Nobel KF848 en las siguientes condiciones de hidrotratamiento: 270°C, 0,7 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 1500 scf/B H<sub>2</sub> (267 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El rendimiento de los productos hidrotratados 370°C+ fue 95,3% en peso en la alimentación. Las propiedades de los productos hidrotratados se dan en la Tabla 11.

20

Tabla 11

Viscosidad, cSt a 100°C	3,7
Nitrógeno, Wppm	2
Azufre, Wppm	0,5

El producto hidrotratado se hidrodesparafinó con un catalizador ZSM-48 azufrado ex-situ, en las siguientes condiciones: 1 v/v/h, 1000 psi (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El catalizador ZSM-48 (Ejemplo 1) se azufró

## ES 2 688 429 T3

ex-situ con 400 ppm de H<sub>2</sub>S en nitrógeno hasta la aparición de H<sub>2</sub>S. Los resultados del hidrodesparafinado se dan en la Tabla 12.

Tabla 12

Temp. Media del Reactor °C	329	327
Rendimiento de 370°C+, % en peso en la alimentación al HDW	52,4	56,4
Propiedades del producto 370°C+		
Viscosidad a 100°C (cSt)	3,4	3,4
VI	133	136
Punto de vertido (°C)	-27	-20

### 5 Ejemplo 5

Este ejemplo ilustra que alimentaciones limpias del procesamiento sobre un catalizador azufrado pueden producir un aceite desparafinado de alta calidad con excelente rendimiento. La alimentación es una cera residual 600 N cuyas propiedades se dan en la Tabla 13.

Tabla 13

Viscosidad, cSt a 100°C	8,0
Nitrógeno, Wppm	14
Azufre, Wppm	912
Aceite en cera, % en peso	16,5

10

La alimentación de la Tabla 13 se hidrotrató con el catalizador de Akzo Nobel KF848 en las siguientes condiciones de hidrotratamiento: 317°C, 0,7 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 1500 scf/B H<sub>2</sub> (267 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El rendimiento de los productos hidrotratados 370°C+ fue 97,3% en peso en la alimentación. Las propiedades de los productos hidrotratados se dan en la Tabla 14.

15

Tabla 14

Viscosidad, cSt a 100°C	7,5
Nitrógeno, Wppm	3
Azufre, Wppm	1

20

El producto hidrotratado se hidrodesparafinó con un catalizador ZSM-48 azufrado ex-situ, en las siguientes condiciones: 1 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El catalizador ZSM-48 (Ejemplo 1) se azufró ex-situ con 400 ppm de H<sub>2</sub>S en nitrógeno hasta la aparición de H<sub>2</sub>S. Los resultados del hidrodesparafinado se dan en la Tabla 15.

Tabla 15

Temp. Media del Reactor °C	329
Rendimiento de 370°C+, % en peso en la alimentación al HDW	61,9
Propiedades del producto 370°C+	
Viscosidad a 100°C (cSt)	6,5
VI	145
Punto de vertido (°C)	-17

**Ejemplo 6**

5 Este ejemplo ilustra que alimentaciones limpias del procesamiento a una mayor temperatura de hidrotratamiento pueden producir un aceite desparafinado de alta calidad con excelente rendimiento. La alimentación es una cera residual 600 N cuyas propiedades se dan en la Tabla 16.

Tabla 16

Viscosidad, cSt a 100°C	8,0
Nitrógeno, Wppm	14
Azufre, Wppm	912
Aceite en cera, % en peso	16,5

10 La alimentación de la Tabla 16 se hidrotrató con el catalizador de Akzo Nobel KF848 en las siguientes condiciones de hidrotratamiento: 340°C, 0,7 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 1500 scf/B H<sub>2</sub> (267 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El rendimiento de los productos hidrotratados 370°C+ fue 94,6% en peso en la alimentación. Las propiedades de los productos hidrotratados se dan en la Tabla 17.

Tabla 17

Viscosidad, cSt a 100°C	7,2
Nitrógeno, Wppm	5
Azufre, Wppm	1

15 El producto hidrotratado se hidrodesparafinó con un catalizador ZSM-48 azufrado ex-situ, en las siguientes condiciones: 1 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El catalizador ZSM-48 (Ejemplo 1) se azufró ex-situ con 400 ppm de H<sub>2</sub>S en nitrógeno hasta la aparición de H<sub>2</sub>S. Los resultados del hidrodesparafinado se dan en la Tabla 18.

Tabla 18

Temp. Media del Reactor °C	329
Rendimiento de 370°C+, % en peso en la alimentación al HDW	60,3
Propiedades del producto 370°C+	
Viscosidad a 100°C (cSt)	6,3
VI	147
Punto de vertido (°C)	-21

**Ejemplo 7**

20 Este procedimiento ilustra que alimentaciones limpias del procesamiento sobre un catalizador reducido de hidrodesparafinado pueden producir un aceite desparafinado de alta calidad con excelente rendimiento. La alimentación es una cera residual 600 N cuyas propiedades se dan en la Tabla 19.

Tabla 19

Viscosidad, cSt a 100°C	7,95
Nitrógeno, Wppm	14
Azufre, Wppm	912

Aceite en cera, % en peso	16,5
---------------------------	------

5 La alimentación de la Tabla 22 se hidrotrató con el catalizador de Akzo Nobel KF848 en las siguientes condiciones de hidrotratamiento: 340°C, 0,7 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 1500 scf/B H<sub>2</sub> (267 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El rendimiento de los productos hidrotratados 370°C+ fue 93,9% en peso en la alimentación. Las propiedades de los productos hidrotratados se dan en la Tabla 20.

Tabla 20

Viscosidad, cSt a 100°C	7,2
Nitrógeno, Wppm	5
Azufre, Wppm	1

10 El producto hidrotratado se hidrodesparafinó con un catalizador ZSM-48 reducido (35% en peso de alúmina/0,6% en peso de Pt) en las siguientes condiciones: 1 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). Los resultados del hidrodesparafinado se dan en la Tabla 21.

Tabla 21

Temp. Media del Reactor °C	338
370°C+ Yield, wt. on feed to HDW	60,4
Propiedades del producto 370°C+	
Viscosidad a 100°C (cSt)	6,1
VI	146
Punto de vertido (°C)	-25

Los resultados de la Tabla 21 demuestran que se puede obtener con rendimientos elevados un producto con un VI muy elevado a partir de una alimentación parafínica.

15 **Ejemplo 8**

Este ejemplo ilustra que alimentaciones limpias del procesamiento que tienen un mayor contenido de aceite en cera pueden producir un aceite desparafinado de alta calidad con excelente rendimiento. La alimentación es una cera residual 600 N cuyas propiedades se dan en la Tabla 22.

Tabla 22

Viscosidad, cSt a 100°C	8,2
Nitrógeno, Wppm	20
Azufre, Wppm	1289
Aceite en cera, % en peso	25,3

20 La alimentación de la Tabla 22 se hidrotrató con el catalizador de Akzo Nobel KF848 en las siguientes condiciones de hidrotratamiento: 340°C, 0,7 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 1500 scf/B H<sub>2</sub> (267 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El rendimiento de los productos hidrotratados 370°C+ fue 95,8% en peso en la alimentación. Las propiedades de los productos hidrotratados se dan en la Tabla 23.

25

Tabla 23

Viscosidad, cSt a 100°C	7,4
Nitrógeno, Wppm	4
Azufre, Wppm	1

5 El producto hidrotratado se hidrodesparafinó con un catalizador ZSM-48 azufrado ex-situ, en las siguientes condiciones: 1 v/v/h, 1000 psig (6996 kPa), 2500 scf/B H<sub>2</sub> (445 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>). El catalizador ZSM-48 (Ejemplo 1) se azufró ex-situ con 400 ppm de H<sub>2</sub>S en nitrógeno hasta la aparición de H<sub>2</sub>S. Los resultados del hidrodesparafinado se dan en la Tabla 24.

Tabla 24

Temp. Media del Reactor °C	329
370°C+ Yield, wt.% on feed	61
Propiedades del producto 370°C+	
Viscosidad a 100°C (cSt)	6,8
VI	142
Punto de vertido (°C)	-22

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para preparar un aceite de base de aceite lubricante que tiene un VI de al menos alrededor de 135, que comprende:
  - 5 (1) hidrotrotratar una materia prima de aceite lubricante que tiene un contenido de parafina de al menos alrededor de 60% en peso, basado en la materia prima, con un catalizador de hidrotrotratamiento en condiciones de hidrotrotratamiento eficaces de manera que menos de 5% en peso de la materia prima se convierta en productos de 650°F (343°C) menos, para producir una materia prima hidrotrotratada cuyo incremento de VI es menor que 4 veces mayor que el VI de la materia prima;
  - (2) extraer la materia prima hidrotrotratada para separar el producto gaseoso del producto líquido; y
  - 10 (3) hidrodesparafinar el producto líquido con un catalizador de desparafinado en condiciones de hidrodesparafinado catalíticamente eficaces, en el que el catalizador de desparafinado es ZSM-48 y contiene al menos un metal noble del Grupo 9 o Grupo 10.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el catalizador de hidrotrotratamiento contiene al menos un metal del Grupo 6, Grupo 9 o Grupo 10.
- 15 3. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las condiciones de hidrotrotratamiento incluyen una temperatura de 150-400°C, una presión de 1480-20786 kPa, una velocidad espacial horaria del líquido de 0,1-10 h<sup>-1</sup>, y una relación de tratamiento del hidrógeno de 89-1780 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>.
4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el catalizador de desparafinado contiene Pt, Pd, o sus mezclas.
- 20 5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las condiciones de hidrodesparafinado incluyen una temperatura de 250-400°C, una presión de 791-20786 kPa, una velocidad espacial horaria del líquido de 0,1-10 h<sup>-1</sup>, y una relación de tratamiento del hidrógeno de 45-1780 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>.
6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el catalizador de desparafinado se sulfura, se reduce, o se sulfura y se reduce.
- 25 7. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el producto líquido hidrodesparafinado de la etapa (3) se hidroacaba en condiciones de hidroacabado eficaces.
8. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el hidroacabado incluye un catalizador de hidroacabado que contiene al menos un metal del Grupo 6, Grupo 9 o Grupo 10.
9. El procedimiento de la reivindicación 7 u 8, en el que el hidroacabado incluye un catalizador de hidroacabado que es un catalizador mesoporoso de la familia M41S.
- 30 10. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en el que el catalizador de hidroacabado contiene al menos un metal noble.

