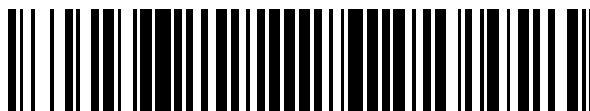


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 753 275**

51 Int. Cl.:

**C10M 175/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.04.2018** **E 18166609 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.09.2019** **EP 3392328**

54 Título: **Procedimiento para la regeneración de aceites de escape**

30 Prioridad:

**19.04.2017 IT 201700042853**

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

**07.04.2020**

73 Titular/es:

**ITELYUM REGENERATION S.R.L. (100.0%)**  
**Via Tavernelle 19**  
**26854 Pieve Fissiraga Lodi, IT**

72 Inventor/es:

**GALLO, FRANCESCO;**  
**QUAGLIA, ALESSANDRO;**  
**ROLDI, ALDO y**  
**GIUSTI, MAURIZIO**

74 Agente/Representante:

**ESPIELL VOLART, Eduardo María**

**ES 2 753 275 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento para la regeneración de aceites de escape

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la regeneración de aceites de escape, en el cual son eliminadas las fuentes de silicio.

10 Los aceites lubricantes se han utilizado durante mucho tiempo en casi todos los campos de la mecánica para facilitar el deslizamiento mutuo de las partes del motor o similares. Un ejemplo clásico es el del aceite usado en motores de combustión interna para ayudar al deslizamiento de los pistones en los cilindros, sin que las partes mecánicas se atasquen entre sí.

15 Los aceites lubricantes son a menudo usados en la maquinaria que tiene movimientos deslizantes relativos muy rápidos de sus partes. Debido a esto, además de otros aspectos, los aceites lubricantes con frecuencia sufren cambios de temperatura, los cuales en algunos casos son notables. Por esta razón, los aceites sufren reacciones químicas de diversos tipos y su naturaleza es alterada. Como consecuencia, se producen reacciones tales como escisión, deshidratación, deshidrogenación, condensación, etc. Un ejemplo de dicha reacción es la deshidrogenación-deshidratación de los aceites, lo cual da lugar a la formación de carbono en forma de negro de humo. En algunos casos, también se produce la formación de asfaltenos y betunes. Además, los aceites pueden entrar en contacto con otras sustancias, tales como, por ejemplo, partículas metálicas y/o cerámicas, permaneciendo así dentro del propio aceite. Además, no es raro que las sustancias espurias, tales como varios tipos de polímeros, provenientes del exterior, se mezclen con los aceites, ya que su uso y/o recolección después del uso no siempre se lleva a cabo de manera apropiada y con precauciones dirigidas a evitar la introducción de sustancias extrañas y obtener un residuo de calidad, el cual pueda ser regenerado fácilmente.

25 Las transformaciones mencionadas y otras determinan el deterioro de las características físicas y químicas del aceite, lo que eventualmente lo hace dañino para las partes de las máquinas en las que es aplicado, dado que las sustancias extrañas dentro del aceite aumentan significativamente la fricción. Por lo tanto, es necesario reemplazar el aceite con aceite nuevo después de un cierto período de uso, para evitar la reducción del rendimiento o, incluso, daños o roturas.

30 El aceite de escape contiene normalmente una cantidad de sustancias tóxicas para los seres humanos y el medio ambiente, por lo cual no se puede arrojar simplemente al medio ambiente, sino que debe tratarse adecuadamente para reducir su impacto ambiental. La regeneración de los aceites de escape se ha convertido en una solución que permite reducir los residuos y el impacto ambiental resultante.

35 Las primeras plantas industriales para volver a refinar los aceites de escape se remontan a los años 60 del siglo XX, cuando comenzó a desarrollarse y difundirse la conciencia ambiental. Debido a los elevados costos para obtener aceites recién refinados y debido al aumento en el consumo de estos aceites, la regeneración de los aceites de escape ha ganado con el tiempo, importantes cuotas de mercado.

40 La creación de empresas especializadas obligatorias, responsables de la recolección de aceites de escape, también ha facilitado el material a tratar, - la materia prima real de estos procedimientos-, ahora ampliamente accesible a un buen precio, aunque a veces su calidad es bastante pobre; en particular, hay tipos de residuos que presentan una calidad que pueden ser bastante diferentes entre sí. Este tipo de mercado se ha expandido significativamente a lo largo de los años. Alrededor de un tercio del aceite de escape es recolectado adecuadamente por las empresas especializadas y enviado a regeneración u otros tratamientos para hacerlo inofensivo, con el resto que se dispersa de manera inadecuada de forma incontrolada en el medio ambiente y que es una fuente de contaminación o, en cualquier caso, se pierde en su ciclo de servicio, así como también con un notable daño económico.

50 El rendimiento normal de un procedimiento de regeneración, a partir de 100 kg de aceite de escape para ser enviado al procedimiento, es ahora de alrededor de 60 kg de aceite regenerado (base para lubricantes), 20-25 kg de combustible y 20-25 kg de betún.

55 Históricamente, los primeros procesos fueron aquellos con ácido sulfúrico o con propano líquido. En otras palabras, los aceites son tratados mediante la adición de ácido sulfúrico o propano, para eliminar una gran parte de las impurezas contenidas en los aceites de escape. Sin embargo, el proceso que implica el uso de ácido ha sido prácticamente abandonado, debido a los considerables problemas de contaminación que conlleva.

60 El procedimiento con ácido sulfúrico provoca, de hecho, la acumulación de lodos ácidos, los cuales retienen en su interior cantidades insignificantes de aceite y que también contienen compuestos poliméricos y metales pesados; por lo tanto, estos lodos son difíciles de eliminar. Normalmente, dicha eliminación se lleva a cabo en vertederos, preferiblemente después de una neutralización, lo cual, sin embargo, aumenta el volumen a eliminar de los propios lodos. Se ha probado la solución de la combustión de lodos, pero ha resultado ser poco práctica.

65 Se han desarrollado otros procedimientos, a partir del ya mencionado que hace uso del propano.

La etapa del tratamiento con ácido se ha sustituido completamente mediante la clarificación con propano líquido. El hidrocarburo elegido es propano por ser fácilmente licuable y presentar una baja densidad una vez licuado. Por lo tanto, actúa como agente fluidificante en los aceites a los cuales es añadido, para permitir la separación de una fase de alta densidad -que contiene polímeros de alto peso molecular y metales pesados- de una segunda fracción, constituida por aceites clarificados y deshidratados. A continuación, el propano es eliminado y reciclado mezclándolo con los aceites introducidos.

A continuación se realiza un filtrado en caliente, permitiendo la recuperación de una fracción gaseosa. La decoloración y la desodorización del contenido cierran el procedimiento.

Sin embargo, este procedimiento que permite lograr mayores rendimientos todavía tiene algunas desventajas. En primer lugar, manejar propano puede ser peligroso para los trabajadores de la planta. Además, una parte del propano está atrapado en el asfalto; esta presencia excluye el uso del betún obtenido para la construcción de carreteras, con una considerable limitación del mercado, -en un campo estratégico-, y el consiguiente daño económico. Como resultado, la fracción de betún en este procedimiento es simplemente un desecho que debe eliminarse y no puede mejorarse, lo que, en cambio, sería deseable. Finalmente, el procedimiento en sí mismo es mucho más costoso que el proceso con ácido sulfúrico.

En años más recientes, se ha introducido un nuevo tipo de procedimiento, según el cual los aceites de escape son enviados al rotor axial de una columna de destilación y son rociados por dicho rotor en las paredes internas de la columna, mantenidas a una elevada temperatura por un fluido diatérmico que fluye a través de algunos conductos. En contacto con las paredes calentadas, la fracción vaporizable se evapora, mientras que la fracción más pesada permanece en la fase líquida. A continuación son recogidas las fracciones y se fraccionan en una columna de fraccionamiento posterior, donde son divididas en cortes adicionales dentro de una columna de destilación fraccionada posterior. Los rendimientos de este procedimiento son elevados, pero se requiere un pretratamiento para purificar los aceites de escape.

La patente EP 0 618 959, del mismo solicitante, expone un procedimiento para volver a refinar los aceites usados, en el cual dichos aceites son puestos en contacto con un reactivo básico y calentados para eliminar el agua contenida, los polímeros y los metales pesados son separados y la destilación fraccionada es realizada en una columna empaquetada, a fin de obtener una o más fracciones base para el lubricante, seguido de decoloración. El reactivo básico es una base fuerte, el agua son eliminados junto con una fracción más volátil en una etapa preliminar de destilación instantánea, mientras que los polímeros y metales pesados se eliminan principalmente por decantación. Sin embargo, la columna de destilación empaquetada tiende a atascarse con residuos sólidos, todavía contenidos en el aceite que se introducirá dentro de la misma. Además, la columna de destilación de vaporización parcial conlleva elevados costos de operación.

Recientemente, el mismo solicitante presentó la solicitud de patente italiana n.º MI2015A 000626 para un procedimiento que, empezando por el de la patente EP 0 618 959, proporciona una etapa de centrifugación del aceite que se regenerará entre la etapa de destilación instantánea y la etapa de destilación en la columna empaquetada. La presión dentro de la columna de destilación empaquetada es ajustada a través de una bomba tórica de líquido, obteniendo un producto más limpio y un número reducido de intervenciones para regenerar la columna de destilación.

La patente WO2004/033 608 expone un procedimiento y un dispositivo para el tratamiento de aceites de escape, el cual incluye una separación preliminar por decantación de al menos una fracción del agua y una fracción de partículas sólidas (sedimentos), un precalentamiento de la fase oleosa procedente de la etapa de decantación y separación por centrifugación del aceite, precalentada a una temperatura por debajo del punto de ebullición del agua, seguida de la separación del agua y otros contaminantes. Sin embargo, el producto obtenido no es reutilizado para producir nuevas bases lubricantes, sino que es introducido a una etapa de combustión, junto con otros hidrocarburos, por lo tanto, sin una mejora del mismo.

La patente WO96/00 273 expone un procedimiento de recuperación de aceites de escape, con miras a su reutilización. Según esta patente, el aceite de escape es sometido a una centrifugación, ya que sirve para eliminar los sólidos; el aceite de salida es puesto en contacto con fosfato de diamonio y/o ácido oxálico a una temperatura entre 60 y 85-90 °C y a continuación es sometido a una nueva centrifugación, para separar el aceite y el agua. No hay etapas de destilación.

La patente EP-A-3 098 291 recae en un procedimiento para la regeneración de aceites usados, que comprende una etapa de destilación instantánea del aceite que se va a regenerar, una etapa de decantación de la fracción pesada, una etapa de destilación en una columna de destilación empaquetada, la cual permite producir una fracción de aceite para enviarla a la hidro-refinación y una fracción de betún. La fracción de betún es molida, la fracción líquida obtenida después de la molienda es separada y recogida como betún y la fracción sólida restante es separada y reciclada a dicha etapa de decantación de la fracción pesada.

Sin embargo, todos estos y otros procedimientos de regeneración, al tiempo que dan lugar a resultados apreciables en términos de rendimientos de base para aceites lubricantes y opcionalmente a otras fracciones más pobres, como el betún y similares, a menudo tienen el inconveniente de contener cantidades variables de silicio, en forma de sílice. Dicha sílice es perjudicial para el aceite, por lo que los estándares normalmente estipulan que el contenido de sílice en los aceites debe estar por debajo de un valor umbral. De hecho, un alto contenido de silicio en un aceite lubricante a menudo se relaciona con el aumento en el nivel de desgaste de metales en el aceite de escape, cuando posteriormente es retirado y recogido para su eliminación (debido a la abrasión del silicio en los componentes móviles). La presencia de cantidades excesivas de silicio da lugar a un cambio de aceite más frecuente y al daño u obstrucción de los filtros, con su consiguiente oclusión. Además, pueden dañarse las piezas móviles. Actualmente, el contenido máximo permitido de silicio es de 10 mg/l.

Este problema se nota particularmente en las bases lubricantes que son obtenidas de los procedimientos de regeneración de los aceites de escape y que proporcionan una unidad de hidro-refinación de los aceites producidos, antes de su uso. En este caso, las bases lubricantes obtenidas contienen alrededor de 50 mg/l de sílice, es decir, poseen un contenido de silicio mucho más alto que el permitido por la normativa y, por lo tanto, la eliminación de la sílice se hace obligatoria para la comercialización del producto obtenido de la regeneración.

El problema subyacente de la invención es proponer un procedimiento y una planta de regeneración de aceites de escape que supere los inconvenientes antes mencionados y que permita obtener como producto principal, bases para lubricantes con un bajo o nulo contenido de silicio. Según un primer aspecto, este objetivo se logra a través de un procedimiento para la regeneración de los aceites de escape, que comprende una etapa de destilación fraccionada y una etapa de hidro-refinación, caracterizada porque el hidrógeno suministrado durante la etapa de hidro-refinación procede de la reforma del biogás, y en que el hidrógeno reciclado después de la hidro-refinación sufre desiloxanización antes de ser reintroducido en el reactor de hidro-refinación. Según un segundo aspecto, el objetivo se logra a través de una planta para la regeneración de los aceites de escape, que comprende una columna para destilación fraccionada y un reactor de hidro-refinación de las fracciones que salen de dicha columna de destilación fraccionada, en donde el producto saliente es separado en producto y materia reciclada, consistente esta última principalmente en hidrógeno sin reaccionar, caracterizado porque dicha materia reciclada es devuelta al reactor de hidro-refinación después de haber pasado por una unidad de desiloxanización y porque el hidrógeno suministrado durante la etapa de hidro-refinación procede de la reforma del biogás. Las reivindicaciones dependientes describen las características preferidas de la invención.

Las características y ventajas adicionales de la invención serán más evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de una realización preferida, dada a título de ejemplo no limitativo e ilustrada en los dibujos adjuntos, en los cuales:

La Figura 1 es un diagrama de bloques que ilustra, en general, una planta de regeneración de aceites de escape dentro de la cual se puede aplicar la presente invención; y

La Figura 2 es un diagrama de bloques que ilustra un área de la planta de la Figura 1, de acuerdo con una realización preferida de la presente invención;

La Figura 1 muestra, de una manera extremadamente general y esquemática, una planta para la regeneración de aceites de escape, del tipo que puede usarse para poner en práctica el procedimiento de acuerdo con la presente invención.

La planta comprende una alimentación 1, desde la cual se introducen los aceites de escape, ya que proceden de la recolección y posiblemente mezclados con los álcalis y agitados previamente. Es posible que los aceites introducidos en 1 ya hayan sido sometidos a algunos pretratamientos, los cuales, sin embargo, no se considera necesario analizarlos en profundidad en este caso, porque, aunque ciertamente son útiles para la calidad del producto que se puede obtener, dichos tratamientos, no obstante, no afectan a la presente invención.

La alimentación 1 está conectada a una columna de destilación instantánea 2. La columna 2 sirve principalmente para eliminar una gran parte de los contaminantes contenidos en el aceite a regenerar, en particular el agua y contaminantes disueltos en la misma o mezclados con la misma. La columna 2 comprende dos conductos de salida, 3 y 4. El conducto 4 está conectado a una columna de destilación fraccionada 5.

Una parte de flujos sale de la columna 5. El conducto 6 es un conducto de escape, que contiene principalmente betún, mientras que los conductos 7, 8 y 9 están conectados a un reactor de hidro-refinación 10. Los conductos 11, 12 y 13 salen de la columna 10, que contiene las bases para lubricantes que constituyen el producto deseado.

En la Figura 2 el reactor de hidro-refinación 10 es representado, por simplicidad, alimentado sólo por el conducto 9 y sólo con el conducto de salida 13; las características que se mencionarán a continuación también podrán ser aplicadas a los conductos que no se muestran, pero que también están presentes en el sistema.

El conducto 13 que sale del reactor 10 da lugar a un separador de líquido-gas 14. El separador 14 presenta un drenaje 15 y un reciclado 16.

5 Según la presente invención, se inserta una unidad de desiloxanización 17 en el reciclado 16. El reciclado 16 continúa hasta que converge en la alimentación 9.

10 Durante el procedimiento para la regeneración de los aceites de escape, la alimentación 1 es enviada a una columna de destilación instantánea 2, que funciona a una temperatura justo por encima de la temperatura de ebullición del agua, de preferencia a aproximadamente 140 °C. Se mantiene a baja presión, generalmente alrededor de 250 torr (33 kPa). Desde la columna 2, el vapor de agua fluye a través del conducto 3, es cual es creado por evaporación del agua contenida en el aceite que va a ser regenerado, mientras que el aceite que se va a regenerar fluye a través del conducto 4, desde el cual se lleva de manera conocida a una temperatura superior a 300 °C, introduciéndose en la columna de destilación fraccionada 5. El subproducto de betún procede del conducto 5, que puede tratarse adicionalmente de una manera conocida en sí para su valorización, mientras que el producto que se va a regenerar procedimiento de los conductos 7, 8 y 9; los conductos 7, 8 y 9 alimentan este producto para regenerarlo a la columna de hidro-refinación 10, de la cual, a través de los conductos 11, 12 y 13, salen las bases para lubricantes, que son el producto del proceso de acuerdo con la invención. Se pueden proporcionar posibles unidades de microfiltración aguas abajo del reactor de hidro-refinación 10, para potenciar aún más la regeneración y obtener un producto de calidad aún mayor.

20 En la columna 10, la hidro-refinación tiene lugar a una temperatura entre 260 y 360 °C, a una presión de aproximadamente 100 bares (10 MPa) y en presencia de un catalizador basado en NiMoO<sub>4</sub>.

25 Preferiblemente, el hidrógeno introducido en la etapa de hidro-refinación procede de la reforma del biogás. De hecho, el hidrógeno obtenido de esta fuente permite reducir el impacto ambiental vinculado a su producción.

30 Los productos provienen del reactor 10 a través de los conductos 11, 12 y 13. Son introducidos al separador de gas líquido 14. El flujo de líquido 15 es enviado a la venta como producto, mientras que el flujo 16, que contiene principalmente hidrógeno sin reaccionar, es enviado a la unidad de desiloxanización 17. En dicha unidad 17, conocida de por sí, el siloxano es eliminado del flujo de gas, que, por lo tanto, permanece purificado. La eliminación del siloxano puede realizarse por medio de carbonos activados, digestión anaeróbica, filtración regenerativa, microemulsión o por otras técnicas, principalmente conocidas de por sí.

35 De esta manera, el gas hidrógeno que es reciclado de este modo al reactor 10 contiene menos siloxano que al principio. Es eliminado un siloxano y no otro compuesto silíceo, porque se ha descubierto que la sílice que se encuentra en las bases lubricantes que constituyen el producto final de estos procedimientos procede principalmente de la transformación del siloxano en sílice.

40 La disposición de la unidad de desiloxanización 17 en el reciclaje del hidrógeno no reaccionado dentro del conducto 16 presenta ventajas que no son imaginables de por sí a la luz del estado actual de la técnica. De hecho, se podría pensar en colocar la unidad mencionada en el efluente del producto (15). De esta manera, el producto tendría un contenido de silicio inferior a los límites permitidos, de modo que se pueda vender fácilmente sin tratamientos adicionales para eliminar el silicio. Sin embargo, la disposición de la unidad 17 en el conducto 16 hace que el hidrógeno que se introduce al reactor 10 contenga una concentración de silicio más baja de lo que normalmente es el caso. De hecho, parece muy probable que el silicio que se encuentra al final de los procedimientos de regeneración convencionales contenga sílice obtenida por transformación del siloxano y parece que el siloxano es introducido en el ciclo de regeneración por hidrógeno, especialmente si procede de la reforma del biogás, que contiene de 1500 a 4000 mg/l; normalmente, este tipo de hidrógeno se usa por su impacto ambiental reducido, pero, como se ha mencionado anteriormente, el contenido de siloxano es mayor que en el hidrógeno obtenido de otras fuentes.

50 El hecho de que la unidad 17 esté dispuesta en el conducto de reciclaje evita que el hidrógeno reciclado al reactor 10 contenga sólo cantidades insignificantes de siloxano y su mezcla con el hidrógeno fresco permite así introducir en el reactor 10 una cantidad inferior al siloxano normal, lo que permite una mayor duración del catalizador basado en NiMoO<sub>4</sub>. Por lo tanto, en comparación con el procedimiento tradicional, hay un producto más puro (que contiene menos sílice), con una duración mucho más larga de la vida del catalizador basado en NiMoO<sub>4</sub>, con una consiguiente ventaja económica que no es insignificante, ya que, además de un precio de compra más bajo y la activación del catalizador, hay menos tiempo de inactividad debido al cierre de la planta, con un aumento no insignificante en la productividad. Sin embargo, se comprende que la invención no debe considerarse limitada por la exposición particular ilustrada anteriormente, que representa sólo una realización a título de ejemplo de la misma, sino que son posibles diferentes variantes, todas al alcance de una persona experta en la técnica, sin apartarse del alcance de la propia invención, tal como se define en las siguientes reivindicaciones.

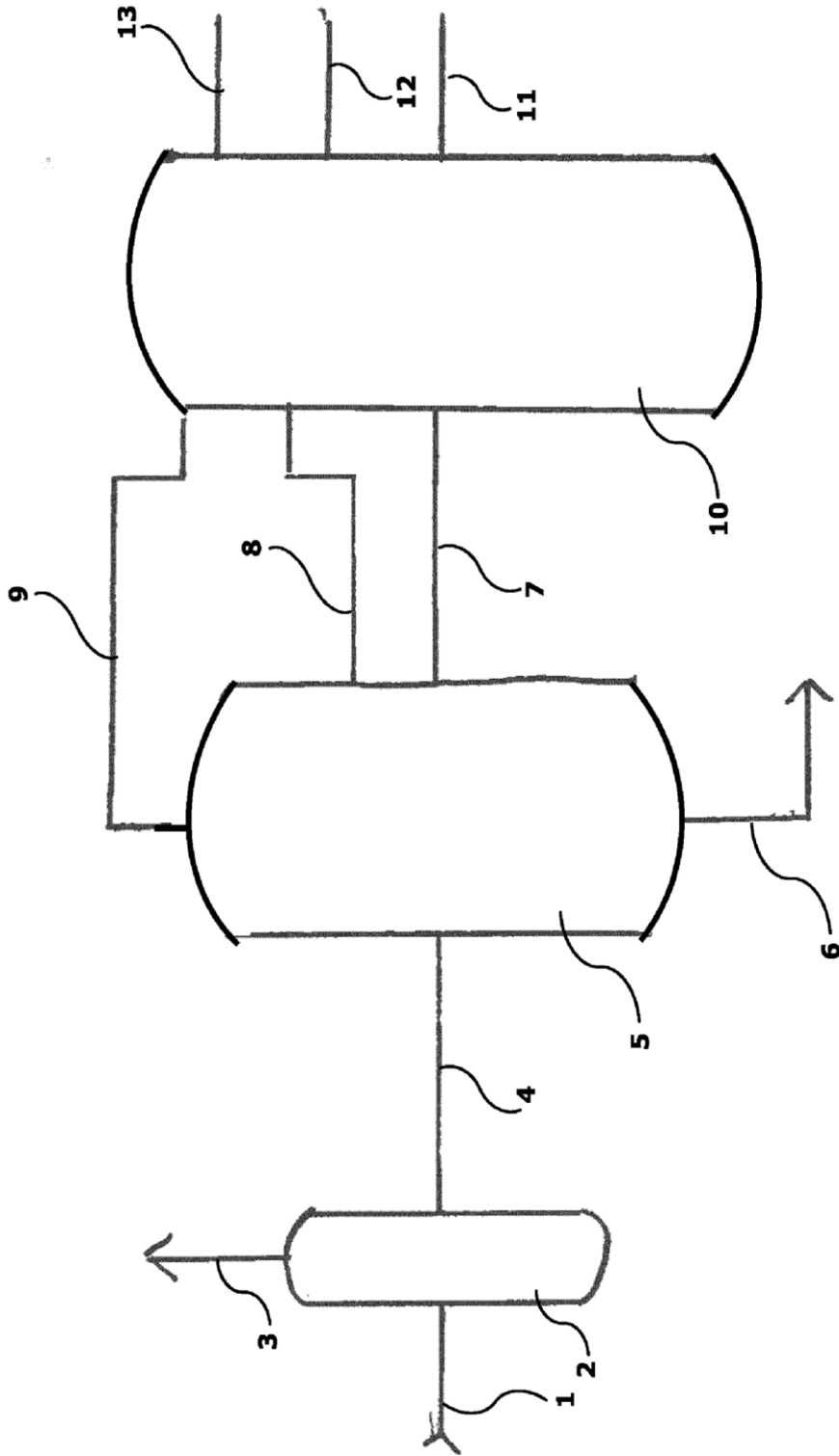
65 En particular, la instalación se ha descrito en términos muy generales y es posible que haya otras unidades, tales como centrifugas, decantadores, molinos, mezcladoras y otros.

**Lista de referencias numerales**

	1	Alimentación de aceite de escape
	2	Columna de destilación instantánea
5	3	Conducto de escape
	4	Conducto
	5	Columna de destilación fraccionada
	6	Conducto de escape
	7	Conducto
10	8	Conducto
	9	Conducto
	10	Reactor de hidro-refinación
	11	Conducto
	12	Conducto
15	13	Conducto
	14	Separador de gas líquido
	15	Conducto de entrega del producto
	16	Conducto
20	17	Unidad de desiloxanización

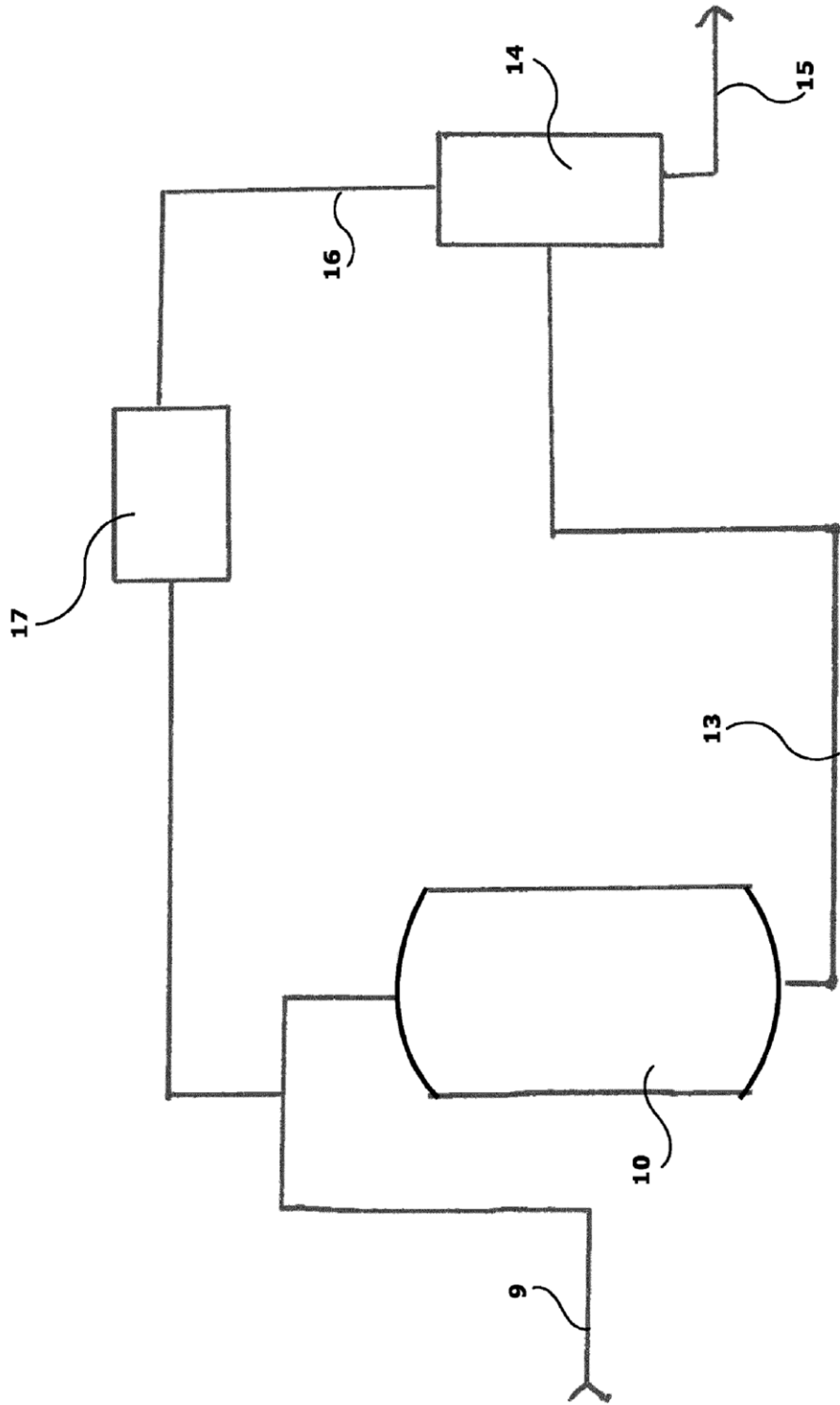
**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para la regeneración de los aceites de escape, que comprende una etapa de destilación fraccionada y una etapa de hidro-refinación, **caracterizado porque** el hidrógeno suministrado durante la etapa de hidro-refinación procede de la reforma del biogás, y **porque** el hidrógeno reciclado después de la hidro-refinación es sometido a desiloxanización antes de ser reintroducido en el reactor de hidro-refinación.
- 10 2. Procedimiento como en 1), **caracterizado porque** la eliminación del siloxano se produce mediante carbonos activados, digestión anaeróbica, filtración regenerativa o microemulsión.
3. Procedimiento como una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** es proporcionado una etapa de microfiltración de las bases lubricantes aguas abajo de la etapa de hidro-refinación.
- 15 4. Planta para la regeneración de aceites de escape, que comprende una columna (5) para destilación fraccionada y un reactor de hidro-refinación (10) de las fracciones que salen de dicha columna de destilación fraccionada (5), en la que el producto saliente es separado (14) en producto (15) y reciclaje (16), consistiendo este último (16) principalmente en hidrógeno sin reaccionar, **caracterizado por que** dicho reciclaje (16) es enviado de vuelta al reactor de hidro-refinación (10) después de haber pasado por una unidad de desiloxanización (17) y **porque** el hidrógeno suministrado durante la etapa de hidro-refinación procede de la reforma del biogás.
- 20 5. Planta como en 4), **caracterizada porque** comprende una columna de destilación instantánea (2).
6. Planta como en 4) o en 5), **caracterizada porque** además comprende una unidad de microfiltración aguas abajo del reactor de hidro-refinación (10).
- 25



**Fig. 1**





**Fig. 2**

**REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN**

Este listado de referencias citadas por el solicitante tiene como único fin la conveniencia del lector. No forma parte del documento de la Patente Europea. Aunque se ha puesto gran cuidado en la compilación de las referencias, no pueden excluirse errores u omisiones y la EPO rechaza cualquier responsabilidad en este sentido.

**Documentos de patentes citados en la descripción**

- EP 0618959 A [0016] [0017]
- IT MI20150626 A [0017]
- WO 2004033608 A [0018]
- WO 9600273 A [0019]
- EP 3098291 A [0020]