

P.- 22061
1358/61

273057



273057

25 ENE 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 19 de Diciembre de 1961, con el N° 273057

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de SOCIETE DE RECHERCHES ET D'EXPLOITATION DE PRO-
CEDES CHIMIQUES ET DE SYNTHESE "SEXPRO", entidad francesa
establecida en, 48 Rue des Forts, Coudekerque-Branche, (Norte),
Francia, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA REGENERACION DE LOS ACEITES MINERA-
LES USADOS Y PARA EL TRATAMIENTO DE LAS AGUAS RESIDUARIAS".

El invento tiene por objeto un procedimiento para
la floculación de los aceites minerales y de las aguas resi-
duales. En el primer caso, el procedimiento permite la rege-
neración de los aceites minerales usados tales como los que
5 proceden, entre otros, de los motores de combustión. Aplica-
do a las aguas residuales tales como las que proceden, por
ejemplo, de las fábricas de cartones, papeleras, destilerías,
instalaciones de agramado de lino, entre otros, el procedimien-
to permite la recuperación de ésteres de ácidos grasos y de -

273057

25



alcohol tales como las ceras, de sales de ácidos grasos tales como los jabones, de ciertos aldehidos tales como el furfurool, de ciertos óxidos tales como la sílice, o de bases, entre otros.

5 Hasta ahora, la regeneración de estos aceites minerales usados era efectuada por refinados sucesivos que exigían el empleo de importantes cantidades de ácido sulfúrico y requerían una operación de neutralización muy costosa. El rendimiento final de este procedimiento conocido se mostró muy mediocre, llegando las pérdidas de aceite a veces de 30 a 40%. Por este hecho, el precio de coste de la regeneración era elevado.

10 Además la evacuación de los alquitranes sulfurados planteaba siempre un grave problema no habiendo podido ser realizada nunca su utilización.

15 El procedimiento objeto del invento permite - realizar de manera particularmente económica la floculación de los residuos que se encuentran en los aceites minerales usados. Según el tratamiento al cual es sometido luego el aceite floculado: neutralización o refinado, 20 seguido de una depuración con ayuda de un agente absorbente, permite obtener grasas de calidades corrientes, aceites de lubricación general e incluso aceites para motores Diesel o de gasolina.

25 La floculación es realizada en cinco fases consecutivas:

- 1) Adición al aceite usado de una pequeña cantidad de ácido sulfúrico concentrado que no exceda de 1,5% y agitado.
- 2) Caldeo del líquido hasta aproximadamente 45°C.
- 3) A esta temperatura, incorporación al líquido



25

273057

de una pequeña cantidad de octil-fenol oxietilenado o denonil-fenol oxietilenado que no exceda de 1,5%. Estos fenoles son generalmente condensados de óxido de etileno sobre el diso-butil-fenol.

5 4) Batido del líquido y continuación del cal deo hasta que sea alcanzada una temperatura de aproximadamente 80 a 90°C.

5) Suspensión del batido y reposo del líquido hasta que la floculación esté terminada.

10 Siempre según el invento, el aceite floculado puede ser luego simplemente neutralizado por adición de cal hidratada a razón de 0,5 a 2% con relación al peso del aceite inicialmente empleado, siendo la temperatura del aceite floculado de aproximadamente 75°C. o, cuando
15 se desea obtener un producto más puro, refinado con ácido sulfúrico concentrado añadido a razón de aproximadamente 5% con relación al peso del aceite inicialmente empleado. De preferencia, el tratamiento de regeneración se termina por una clarificación efectuada en caliente
20 con ayuda de agentes absorbentes tales como los carbones activos y las tierras activadas, por ejemplo, estando precedida esta clarificación y seguida de por lo menos una operación de separación tal como decantación y filtración.

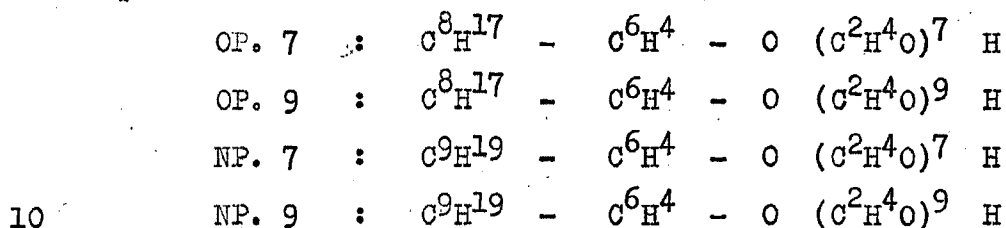
25 Aceites usados pueden ser regenerados según el invento en las condiciones enumeradas a continuación y citadas a título de ejemplo:

30 A 5.000 kg de aceite usado procedente de motores de vehículos automóviles, de aviones u otros, se añaden de 15 a 50 kg. de ácido sulfúrico concentrado a 98% aproximadamente, de una densidad aproximada de 66° Baume.



273057 25 EN

El líquido es agitado durante dos horas aproximadamente y luego calentado hasta 45°C aproximadamente. Cuando esta temperatura es alcanzada, se incorporan de 15 a 50 kg. de octil-fenol o de nonil-fenol, productos designados generalmente por "O.P.9 (+)" o "N.P.9(±)" y que corresponden a las fórmulas siguientes:



Continuando la agitación, se prosigue el calentamiento para alcanzar una temperatura de 80 a 90°C. Alcanzada esta, se detiene la agitación para permitir la floculación que se hace en un tiempo relativamente breve, que no excede generalmente de doce horas.

Para obtener un aceite neutro, de color oscuro, que pueda servir para la fabricación de grasas o para otros usos, basta añadir al aceite floculado a una temperatura de 75°C, de 25 a 100 kg. de cal hidratada ($Ca(OH)_2$), agitar y luego filtrar. El precio de coste de este tratamiento es muy bajo, dadas las cantidades mínimas de materias primas utilizadas y el escaso porcentaje de pérdidas.

El tratamiento del aceite así obtenido, a una temperatura aproximada de 150°C, en contacto con un agente absorbente, tal como una tierra activada por ejemplo, separado luego del aceite por filtración, permite obtener un aceite neutro, de color claro, susceptible de ser utilizado para la fabricación de grasas de calidades corrientes; como aceite de engrase general u otros.

273057 25



Si se desea obtener aceites claros de calidad muy buena, que pueden ser utilizados como aceites para motores Diesel o de gasolina, por ejemplo, se sustituye la operación de neutralización con la cal por un refinado con ácido sulfúrico. A la cantidad de aceite flocculado obtenido por el tratamiento citado a título de ejemplo, serán añadidos 250 kg. aproximadamente de ácido sulfúrico concentrado de una densidad aproximada de 66° Baume. El líquido será agitado a una temperatura aproximada de 40 a 50°C. Durante dos a tres horas. Se dejará luego decantar el líquido y luego se añadirá un agente absorbente cuya cantidad corresponderá a la eficacia de 200 a 250 kg. de tierra activada. La mezcla será calentada y amasada bajo vacío hasta una temperatura aproximada de 300°C durante dos o tres horas.

Después de la filtración, se obtiene un aceite de muy buena calidad cuyo punto de inflamabilidad es normal en relación con la utilización preconizada. El precio de coste es igualmente muy bajo, dado el escaso porcentaje de materias primas utilizadas y los rendimientos muy elevados obtenidos.

Es bien evidente que las operaciones de separación mencionadas pueden ser realizadas por cualesquiera medios conocidos apropiados que van de la simple decantación a la filtración o a la centrifugación. Además, estas operaciones de separaciones no se limitan a las indicadas, pudiendo ser intercaladas operaciones de separación suplementarias en caso de necesidad, entre diferentes fases de tratamiento de regeneración según el invento.

273057 25 E



5 Aplicado a las aguas residuales, el procedimiento según el invento comprende igualmente una operación de floculación realizada sucesivamente por agitación del agua residual con una pequeña cantidad de ácido sulfúrico concentrado, un primer caldeo, la incorporación de una pequeña cantidad de octilfenol o de nonil-fenol, una agitación y un nuevo caldeo, la suspensión de la agitación y el reposo del líquido hasta que la floculación esté terminada. Se obtienen así sustancias floculadas que se pueden separar
10 fácilmente del agua por medios conocidos tales como la decantación, la filtración, la centrifugación, entre otros. Estas sustancias pueden ser tratadas luego de manera apropiada para la extracción de los productos que se desea recuperar.

15 Además de la recuperación de productos frecuentemente costosos, dicho procedimiento de floculación permite realizar una economía suplementaria por el hecho de que el agua obtenida de los residuos puede ser reciclada y reutilizada.

20 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 10 de Enero de 1961, bajo el número PV. - 849.270 y 4 de Octubre de 1961, Número PV. 875.043, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

N O T A

30 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Inven-



273057

ción en España por VEINTE años son los siguientes:

1º.- Un procedimiento para la regeneración de los aceites minerales usados y para el tratamiento de las aguas residuarias que permite la separación de las aguas residuarias de los residuos contenidos para la re-
5 recuperación en estos últimos de compuestos orgánicos o minerales de importancia industrial así como, eventualmente, de la devolución en ciclo y de la nueva utilización del agua, procedimiento que comprende una operación
10 de floculación realizada sucesivamente por remoción del líquido a tratar con una pequeña cantidad de ácido sulfúrico concentrado, un primer caldeo, la incorporación de una pequeña cantidad de octil-fenol o de nonil-fenol, una
15 remoción y un nuevo calentamiento, la interrupción de la remoción y el reposo del líquido hasta que haya terminado la floculación .

2º.- Un procedimiento según el punto 1º, aplicado a la regeneración de los aceites usados, caracterizado porque comprende una operación de floculación realizada
20 sucesivamente por remoción del aceite con una pequeña cantidad de ácido sulfúrico concentrado que no excede del 1,5% caldeo hasta unos 45º C, incorporación de una pequeña cantidad de octil-fenol o de nonil-fenol que no
25 excede de 1,5% remoción y caldeo hasta aproximadamente 80 a 90º C, interrupción de la remoción y reposo del líquido hasta que la floculación haya terminado.

3º.- Un procedimiento según el punto 2º, caracterizado porque la operación de floculación se realiza con ayuda de 0,3 a 1% de ácido sulfúrico de una densidad
30 aproximada de 66º Bé y de 0,3 a 1% de octil-fenol, oxietilena

273057 25



do o de nonil-fenol oxietilenado estando los porcentajes calculados con relación al peso de aceite usado utilizado.

4º.- Un procedimiento según los puntos 1º, 2º o 3º, caracterizado porque el aceite floculado obtenido es neutralizado por remoción con 0,5 a 2% de cal hidratada, seguida o no por una clarificación con ayuda de un agente absorbente, estando calculados los porcentajes con relación al peso del aceite utilizado.

5º.- Un procedimiento según los puntos 2º o 3º, caracterizado porque el aceite floculado obtenido es refinado con ayuda de aproximadamente 5% de ácido sulfúrico de una densidad aproximada de 66º Bé, y luego es clarificado por caldeo y amasado en vacío con un agente absorbente apropiado cuya cantidad incorporada corresponde a la eficacia de aproximadamente 4 a 5% de tierra activada, estando los porcentajes calculados con relación al peso del aceite empleado.

6º.- Un procedimiento según el punto 4º, caracterizado porque la neutralización se efectúa a una temperatura de aproximadamente 75º y la eventual clarificación a 150º.

7º.- Un procedimiento según el punto 5º, caracterizado porque el refinado con ácido sulfúrico se efectúa a una temperatura de aproximadamente 40-50ºC y la clarificación a unos 300ºC.

8º.- " Un procedimiento para la regeneración de los aceites minerales usados y para el tratamiento de las aguas residuarias".



273057²⁵

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de nueve hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 25 ENE. 1962
P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder.

OM