

284021

PATENTE DE INVENCION

0.2. 21 650



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de aceites lubricantes de alto valor a partir de aceites de esquistos, alquitranes, aceites minerales o las fracciones de elevado punto de ebullición de los mismos".

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en Ludwigshafen/Rhein,
Alemania.

Es sabido refinar aceites lubricantes mediante tratamiento con aceites minerales tales como ácido sulfúrico y a continuación con tierra decolorante. La refinación con tierra decolorante tiene la des

5. ventaja de que la tierra decolorante, después de su se-

284021

-2-



- paración del aceite lubricante, tiene todavía ligada por adsorción una cantidad considerable de partes de aceite lubricante. En efecto, estas partes podrían recuperarse de la tierra decolorante mediante extracción con disolventes, sin embargo, las partes de aceite lubricante así recuperadas, además de componentes de gran valor, contendrían también aquéllos de menor valor, cuya separación era la finalidad del tratamiento con tierra decolorante. Las partes extraídas de
5. aceite lubricante no podrían, pues, ni añadirse al aceite lubricante refinado, ni devolverse al tratamiento con tierra decolorante, ya que, en este último caso, las partes de menor valor se introducirían de nuevo en la tierra decolorante. Por eso, se ha renunciado hasta ahora a la recuperación de las partes adsorbidas por la tierra decolorante desechando la tierra decolorante usada o, a lo sumo, regenerándola con vapor de agua.
- 10.
- 15.
20. Se ha encontrado ahora que se pueden obtener aceites lubricantes de alta clase, de una manera particularmente ventajosa y con rendimiento particularmente elevado, a partir de aceites de esquistos, alquitranes, aceites minerales o a partir de fracciones de elevado punto de ebullición de los mismos, sometiendo las materias primas citadas a una hidrogenación refinante a presión, fraccionando el producto de reacción así obtenido, tratando la fracción de aceite lubricante, eventualmente en combinación con otras fracciones de aceite lubricante obtenidas mediante destilación o extracción con disolventes y/o con parafinas
- 25.
- 30.

284021

9ENE



-3-

5. obtenidas mediante desparafinación de las fracciones de aceite lubricante, con ácido y a continuación con tierra decolorante, extrayendo la tierra decolorante con hidrocarburos alifáticos con un punto de ebullición por debajo de 200°C, devolviendo el extracto a la hidrogenación refinante a presión y regenerando la tierra decolorante con vapor de agua.

10. La elaboración según la invención de aceites de esquistos, alquitranes, aceites minerales o las fracciones de elevado punto de ebullición de los mismos se lleva a cabo sometiendo a una hidrogenación refinante a presión, por ejemplo en las condiciones del procedimiento llamado en alemán TTH (Tieftemperaturhydrierung = hidrogenación a bajas temperaturas), con
15. lo cual las materias asfálticas y los hidrocarburos aromáticos se hidrogenan ampliamente y se disminuye el contenido en azufre y en nitrógeno de los aceites. Mediante este tratamiento se mejora notablemente la
20. resistencia a las temperaturas elevadas y a la oxidación, así como el comportamiento frente a la relación entre temperatura y viscosidad de las partes de aceite lubricante. La hidrogenación refinante se lleva a cabo por ejemplo a temperaturas de unos 350 hasta 460°C y a una presión de 20 hasta 500 atms. o más,
25. particularmente a 150 hasta 350 atms., en presencia de masas catalíticas con una cantidad de hidrógeno de 20 hasta 2000 m³ o más, particularmente de 100 hasta 1.000 m³, por tonelada de sustancia de partida.

30. Como masas catalíticas son apropiadas:
Compuestos de los metales del 5^o, 6^o y 8^o Grupo del



Sistema Periódico tales como vanadio, cromo, molibdeno, tungsteno, cobalto, níquel, hierro o mezclas de éstos, por ejemplo molibdeno o/y tungsteno con cobalto y/o níquel, así como hierro con un metal del 6º Grupo del Sistema Periódico, que convienen aplicarlos sobre portadores tales como arcilla, tierra decolorante, carbón menudo u otros. El catalizador puede estar dispuesto en forma fija en el reactor, o puede ser llevado en suspensión con el aceite a refinar a través del recipiente de reacción y extraído continuamente del sumidero de líquido del recipiente.

El producto de reacción obtenido en la hidrogenación refinante se descompone mediante destilación en bencina, aceite Diesel y residuo. El residuo se refina, eventualmente después de ser desparafinado en parte, con ventaja grandemente, primeramente con ácido, por ejemplo con ácido sulfúrico al 90 hasta 98%, y , después de separar la brea ácida, a continuación con 1 hasta 10%, particularmente 2 hasta 5%, de tierra decolorante. El residuo también puede descomponerse en fracciones mediante destilación, tales como aceite para husos, aceite ligero y pesante para máquinas, y tratar separadamente cada fracción de aceite lubricante, así como eventualmente tratar con ácido y tierra decolorante también las parafinas que resultan de la desparafinación. A fin de neutralizarla de ésteres sulfúricos, conviene añadir a la tierra decolorante una pequeña cantidad de óxido de calcio (cal calcinada).

2-24-021



- Se separa la tierra decolorante del aceite lubricante, por ejemplo mediante filtración o centrifugación, y se extrae entonces con hidrocarburos alifáticos de un punto de ebullición por debajo de 200°C,
5. por ejemplo con las bencinas no refinadas resultantes de la destilación a baja temperatura de esquistos o de carbones o con las bencinas crudas obtenidas mediante destilación a partir de la materia prima del caso actual.
10. Del extracto se separa la tierra decolorante, por ejemplo mediante filtración o centrifugación, y ésta, junta con la materia prima a refinar, se introduce en la hidrogenación a presión. Una ventaja adicional del modo de operar según la invención consiste
15. en el hecho de que de esta manera el agente de extracción igualmente se hace pasar a través de la refinación y que, por consiguiente, no es necesario emplear disolventes refinados para la extracción.
- Naturalmente, según la invención se pueden
20. elaborar las materias primas citadas no sólo separadamente de por sí mismas, sino también conjuntamente, por ejemplo aceites de esquistos con aceites minerales.
- El modo de operar según la invención ofrece
25. particularmente las ventajas de que se mejoran considerablemente las partes de aceite lubricante de menor valor adsorbidas en el tratamiento con tierra decolorante por su devolución a la hidrogenación refinante a presión y que al mismo tiempo se recuperan las partes
30. de aceite lubricante de gran valor igualmente ad-

28462

-6-



sorbidas con ayuda de los hidrocarburos alifáticos. De esta manera se aumenta notablemente el rendimiento de aceites lubricantes de gran valor.

EJEMPLO - (Véase el dibujo)

5. En una cámara de hidrogenación 1 consistiendo en tres reactores consecutivos de alta presión I - III 2 llenos de catalizador de arcilla y sulfuro de níquel de una capacidad de 8 m³ de catalizador cada uno se hidrogena de una manera refinante un aceite de esquistos que se ha obtenido mediante destilación a baja temperatura en retortas de construcción Pumphirstone 3. El aceite pesado de esquistos, que resulta en el refrigerante 4 y que se separa de las en el separador 5, está caracterizado por un contenido de unos 50% en peso en partes de aceite pesado con un punto de ebullición por encima de 350°C., por una densidad de 0,895 a 30°C, por 1% en peso de asfalto y por 10% en peso de parafina (determinado según Holde). La hidrogenación refinante se lleva a cabo según el modo de operar TTH (hidrogenación a baja temperatura) a una presión total de 325 atms. (presión relativa) y a una temperatura que aumenta a la salida del precalentador 6 respectivamente a la entrada del reactor I hasta la salida del reactor III desde 350 hasta 410°C. El aceite hidrogenado, después de pasar por un cambiador de calor 8 y por un refrigerante 9, se separa primeramente en un separador 10, a la presión de servicio de la instalación del gas de hidrogenación, que se lleva en círculo en una cantidad de 2400 metros cúbicos normales/tonelada de aceite de esquistos, con lo cual, pa-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

34021-9ENE



-7-

ra completar el hidrógeno presente, se introduce en este ciclo tanto hidrógeno fresco de alto porcentaje, que se mantiene la presión total de servicio. El producto refinado líquido se retira del separador expansionándolo en dos grados de presión y eso primeramente a 50 atms. (presión relativa) (= expansión intermedia) y a continuación a 0,2 atms. rel. (recipiente de expansión a cero) 11.

10. El producto refinado de esta hidrogenación refinante a presión, después de expansionarlo a la presión atmosférica, se fracciona mediante destilación atmosférica 11 en bencina 12, combustible para motores Diesel 13 y residuo 14. El residuo 14 de la destilación atmosférica, cuya cantidad es de 420 kg. por tonelada elaborada de aceite de esquistos obtenido por destilación a baja temperatura, se separa en una instalación de desparafinación 15 en parafina blanda 16 y en parafina dura 17 y en un aceite lubricante desparafinado 18 con un punto de solidificación por debajo de -15°C . Este aceite desparafinado se descompone en una columna a vacío 19 en aceite para husos 20 y en aceite para máquinas 21.

25. Los dos aceites, así como las dos clases de parafina, se someten aún a una refinación ulterior con ácido sulfúrico y tierra decolorante a temperatura ligeramente aumentada o, en caso de las parafinas, a una temperatura que se halla por encima de su punto de solidificación.

30. Este equipo de la refinación ulterior consiste en cada caso en un agitador 22, en el que el

2840219ENE

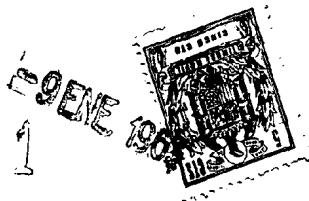
-8-



- aceite o la parafina líquida se trata con ácido sulfúrico de alto porcentaje 23, en una centrífuga colocada a continuación 24 para separar el aceite tratado de la brea ácida, en otro agitador 25, en el que el
5. aceite tratado con ácido se somete a un tratamiento con una mezcla de tierra decolorante y cal 26 (1 parte en peso de cal por 4 partes en peso de tierra decolorante), y en un filtro-prensa 27 para separar los aceites ahora listos para ser vendidos o las parafinas de la
10. tierra decolorante. Adaptándose al grado deseado de la refinación, se emplea para las diversas fracciones un ácido sulfúrico al 94 - 98%. En total se necesitan por tonelada elaborada de aceite de esquistos obtenida por destilación a baja temperatura, correspondiendo a 420
15. kgs. de fracciones que se someten al tratamiento ulterior con ácido sulfúrico y tierra decolorante, 20 kg. de ácido sulfúrico y 12 kg. de mezcla tierra decolorante/cal. La tierra decolorante consumida y aún cargada de aceite lubricante precioso o de parafina procedente de los filtros-prensa arriba mencionados se reúne, y, para recuperar el aceite adherido, se somete a una extracción en otro agitador 28. Como agente de extracción se emplea en este caso la bencina cruda de la destilación a baja temperatura del aceite de esquistos que
20. resulta en los lavadores de gas 6 en una cantidad de 6% en peso, de la cual se disponen de 5 partes en peso por parte en peso de tierra decolorante calculada exenta de aceite. Calculado sobre 1 tonelada de aceite de esquistos obtenido por destilación a baja temperatura empleado en la hidrogenación refinante a pre-
- 30.

284021

-9-



- si6n se extraen de la tierra decolorante consumida unos 12 kg. de partes de aceite que, juntamente con el agente de extracci6n, se a6aden al aceite de esquistos de destilaci6n a baja temperatura antes de su tratamiento TTH (hidrogenaci6n a baja temperatura). De esta manera se recuperan unos 3% en peso de partes de parafina y de aceite, calculado sobre las partes totales de parafina y de aceite resultantes como residuo en la destilaci6n atmosf6rica. Al mismo tiempo, debido a la extracci6n, se hace que la tierra decolorante se regenere de nuevo. La tierra decolorante se regenera con vapor de agua a la temperatura de 180°C. 29 y se emplea de nuevo en la etapa del tratamiento con tierra decolorante de los aceites. Para renovar la tierra decolorante se desecha continuamente una peque6a porci6n de unos 15% de la tierra decolorante extra6da y se substituye por una mezcla fresca de tierra decolorante/cal. El consumo de tierra decolorante es de esta manera menor de 1/6 de la cantidad que ser6a necesaria sin regeneraci6n de la tierra decolorante.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, as6 como la manera de realizarlo en la pr6ctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle encuanto no alteren su principio fundamental. Tambi6n se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 12 de enero de 1.962, n6 B 65496

284021



-10-

- IVc/23b acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACEITES LUBRICANTES DE ALTO VALOR A PARTIR DE ACEITES DE ESQUISTOS, ALQUITRANES, ACEITES MINERALES O LAS FRACCIONES DE ELEVADO PUNTO DE EBULLICION DE LOS MISMOS"; caracterizándose por lo siguiente:
5. 10. 15. 20. 25. 30.
- 1ª - Procedimiento para la obtención de aceites lubricantes de alto valor a partir de aceites de esquistos, alquitranes, aceites minerales o las fracciones de elevado punto de ebullición de los mismos, caracterizado por el hecho de que se someten las materias primas citadas a una hidrogenación refinante a presión, se fracciona el producto de la reacción así obtenido, se tratan las fracciones de aceite lubricante, eventualmente juntamente con otras fracciones de aceite lubricante obtenidas mediante destilación o extracción con disolventes, y/o con parafinas obtenidas mediante desparafinación de las fracciones de aceite lubricante, con ácido y a continuación con tierra decolorante, se extrae la tierra decolorante con hidrocarburos aromáticos con un punto de ebullición por debajo de 200°C, se devuelve el extracto a la hidrogenación refinante a presión y se regenera la tierra decolorante con vapor de agua.
- 2ª - Procedimiento para la obtención de aceites lubricantes de alto valor a partir de aceites de es

284621

-11-



quistos, alquitranes, aceites minerales o las fracciones de elevado punto de ebullición de los mismos, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el dibujo adjunto.

5.

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, -9ENE 1933

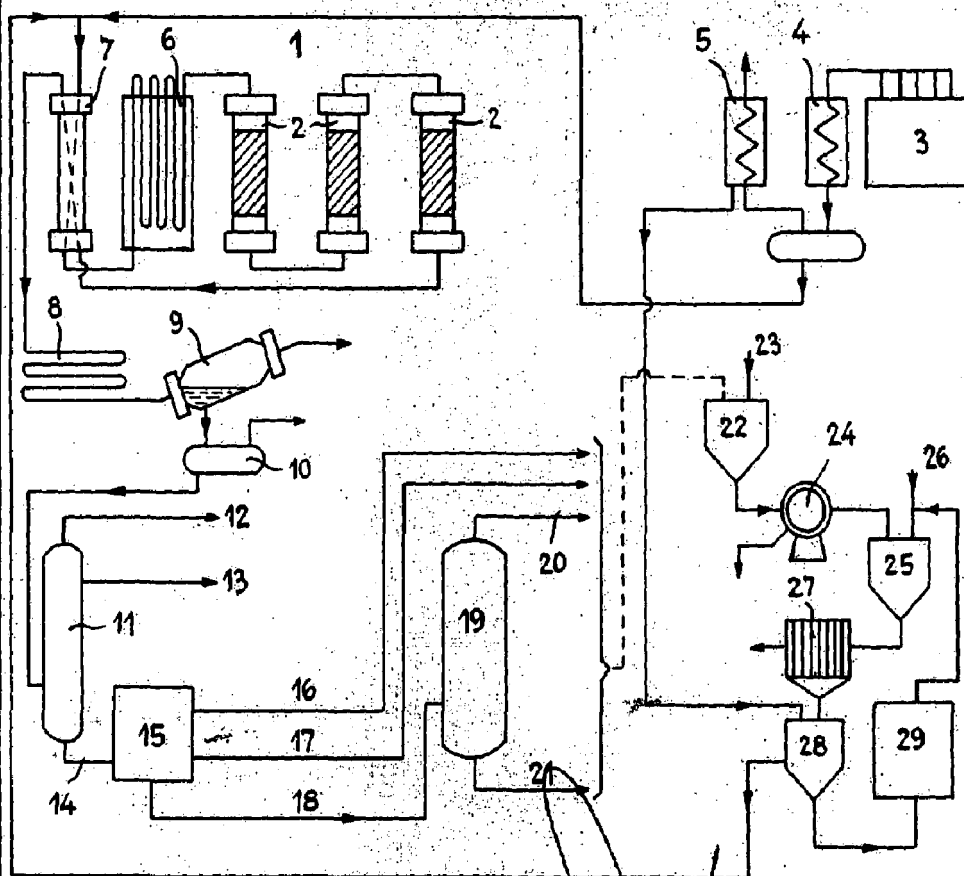
BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT,

GOMEZ ACEBO Y MODEY

ESCALA VARIABLE



284021



Madrid, ~~1903~~
GOMEZ ACERO Y MOSES