

348214

P.- 37.005

U.S. Serial
Nº 601.587

Memoria descriptiva

2 FEB. 1938



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de GULF RESEARCH & DEVELOPMENT COMPANY

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en Gulf Building, 7th Avenue and Grant Street,
Pittsburgh, Pensilvania, Estados Unidos de
América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA HIDROTRATAR UNA MATERIA PRIMA
DE ACEITE LUBRICANTE CRUDA" (Clase Internacional C10m.)

**POOR
QUALITY**



Este invento se refiere a un procedimiento para hidrotratar o tratar con hidrógeno materias primas de aceite lubricante crudas para producir aceites lubricantes con una deseada distribución de rendimiento y viscosidad y un índice de viscosidad deseado.

Se ha sugerido anteriormente en el ramo producir aceites lubricantes sometiendo a materiales hidrocarbonados, que hierven por encima de aproximadamente 316°C, a diversos tipos de tratamientos con hidrógeno. Así, por ejemplo, se ha sugerido someter a hidrocarburos de punto de ebullición superior, particularmente a hidrocarburos que contienen componentes que hierven por encima de aproximadamente 482°C ó 538°C, a un tratamiento con hidrógeno extremadamente severo, denominado generalmente hidrocraqueo o cráqueo con hidrógeno. En un procedimiento de craqueo con hidrógeno, hay una extensa y algo aleatoria rotura de enlaces de carbono a carbono, así como una eliminación de contaminantes tales como azufre, oxígeno y nitrógeno con una reducción global sustancial del peso molecular y del punto de ebullición del material tratado. Usualmente, los procedimientos de craqueo con hidrógeno producen cantidades sustancialmente grandes de materiales que hierven por debajo de aproximadamente 316°C y cantidades relativamente menores de materiales que hierven dentro del margen de los aceites lubricantes, en una extensión tal que a veces la producción de un aceite lubricante es simplemente incidental con relación a la producción de gasolina y aceite combustible.

Otros dos procedimientos de tratamiento con hidrógeno que están asociados con la mayor frecuencia con la



producción de aceites lubricantes son el hidroacabado
 acabado con hidrógeno y el hidro-tratamiento. Ambas téc-
 nicas de tratamiento con hidrógeno son sustancialmente me-
 nos severas que una operación de craqueo con hidrógeno.
 5 De estas dos operaciones de tratamiento con hidrógeno, es
 decir el hidroacabado o acabado con hidrógeno y el hidro-
 tratamiento, el hidroacabado o acabado con hidrógeno es
 el tratamiento menos severo. Así, por ejemplo, para hi-
 droacabar o acabar con hidrógeno, el catalizador empleado
 10 usualmente no posee actividad de craqueo, y como resulta-
 do no se realiza craqueo con hidrógeno usualmente durante
 el curso del acabado con hidrógeno. Sin embargo, el hi-
 droacabado o acabado con hidrógeno realiza una reducción
 de los compuestos de azufre, oxígeno y nitrógeno en el ma-
 15 terial tratado y, dependiendo de la severidad relativa del
 tratamiento dentro de las suaves condiciones de tratamien-
 to globales del hidroacabado o acabado con hidrógeno, pue-
 de no haber saturación de compuestos aromáticos, o satura-
 ción sustancial de compuestos aromáticos.

20 A diferencia del acabado con hidrógeno, el
 hidrotreatmento es una técnica de tratamiento algo más se-
 vera, aunque sustancialmente menos severa que el craqueo
 con hidrógeno. Así, en el hidrotreatmento, el cataliza-
 dor empleado debe poseer actividad de craqueo. Generalmen-
 25 te, el hidrotreatmento realiza una redistribución molecu-
 lar sustancial, comparado con el hidroacabado, pero no
 efectúa la degradación extensa y algo aleatoria o al azar
 de moléculas efectuada en el craqueo con hidrógeno. Usual-
 mente, el tipo de catalizador empleado en el hidrotreatmento
 30 to tiene un tipo de actividad particular, conocido como



escisión o rotura de anillos. Normalmente, en un procedimiento de hidrot ratamiento hay una saturación sustancialmente completa de compuestos aromáticos y se cree que la reacción sigue el curso de convertir los compuestos aromáticos condensados en naftenos condensados, seguido por el craqueo selectivo de los naftenos condensados para formar alcohol-naftenos de un único anillo. Así, los compuestos cíclicos polinucleares son atacados y los anillos son abiertos, al mismo tiempo que los compuestos cíclicos mononucleares no son afectados de manera sustancial. Las cadenas laterales alcohólicas formadas por la apertura de los anillos en los compuestos polinucleares no son hechas reaccionar adicionalmente para romper las cadenas laterales alcohólicas. El hidrot ratamiento también es eficaz para la isomerización de parafinas. Así, el hidrot ratamiento reduce la cantidad de compuestos aromáticos y cíclicos polinucleares, así como las cantidades de parafinas normales, reduciendo de esta manera el índice de bromo del material tratado y aumentando su índice de viscosidad. Un empleo típico de un procedimiento de hidrot ratamiento es el de convertir los aceites lubricantes de gran viscosidad o valvulinas o lubricantes de petróleo residuales, en aceites neutros de alto índice de viscosidad.

La operación particular implicada en el procedimiento de este invento es el hidrot ratamiento, diferenciado del acabado con hidrógeno y del craqueo con hidrógeno. Los materiales cargados normalmente a una operación de hidrot ratamiento pueden ser denominados materias primas de aceites lubricantes crudas y son obtenidos generalmente a partir de petróleo crudo por destilación para proporcio-



nar un material que hierve al menos por encima de aproximadamente 316°C. Dependiendo del petróleo crudo a partir del que se obtienen los materiales de punto de ebullición superior a 316°C, dichos materiales pueden ser sometidos a extracción con disolvente antes de ser cargados en el procedimiento de hidrotratamiento. Cuando el material obtenido por destilación es una fracción residual, puede ser sometida, dependiendo del manantial crudo, a un desasfaltamiento o separación de asfalto tal como por ejemplo un desasfaltamiento con propano, antes de ser cargado al procedimiento de hidrotratamiento. Los materiales de producto del procedimiento de hidrotratamiento pueden ser fraccionados y mezclados entre ellos para producir los productos deseados de aceite lubricante. En muchos casos, dependiendo de la utilización final de los aceites lubricantes, dichos materiales pueden ser sometidos a operaciones de acabado tales como contacto con ácido y arcilla, o al tratamiento de hidroacabado o acabado con hidrógeno antes descrito.

20 Cuando se realiza una operación de hidrotratamiento comercial, el refinador intenta usualmente producir las diversas calidades de aceites lubricantes que tienen el deseado índice de viscosidad (I.V.) y las viscosidades deseadas, aproximadamente en las cantidades requeridas por la situación del mercado, por ajuste de la composición de la materia prima de carga. Incluso en el caso más ideal, sin embargo, el refinador está limitado por el tipo y composición de la materia prima de aceite lubricante cruda de que dispone, y la extensión en que se puede variar la composición del material cargado. Generalmente,



las exigencias tanto en cuanto a la cantidad como a la ca-
lidad de las fracciones deseadas de máximo punto de ebu-
llición ejercen la máxima influencia sobre la selección de
la composición de la materia prima de carga y las condi-
5 ciones de reacción. Así, por ejemplo, la cantidad y ca-
lidad del aceite lubricante de petróleo residual de alta
viscosidad deseado para una refinería particular, es el
factor predominante para determinar la composición de la
materia prima de aceite lubricante cruda cargada y las
10 condiciones empleadas, que a su vez determinan la cantidad
y calidad del destilado o aceites lubricantes neutros pro-
ducidos. En una gran cantidad de casos, el resultado es
la producción de cantidades excesivamente grandes de cier-
tos aceites lubricantes más ligeros o la producción de
15 fracciones de aceite lubricante indeseables. Otro proble-
ma típico es la producción de fracciones de aceite lubri-
cante de menor viscosidad, cuyo I.V. es indeseablemente ba-
jo. Aunque algunos de estos problemas pueden ser remedia-
dos mezclando fracciones de alta viscosidad y/o de alto I.V.,
20 con fracciones de menor viscosidad y/o de menor I.V., di-
chas técnicas dan todavía como resultado la producción de
diversas fracciones de aceite lubricante en una cantidad
superior a la cantidad demandada por el mercado. El alma-
cenamiento de estos productos actualmente indeseables, la
25 venta de dichas fracciones a precios de miseria o bajísi-
mos, o la conversión o mezcla con productos menos prove-
chables no es evidentemente deseable. Se ha encontrado an-
teriormente, sin embargo, que el tratamiento adicional de
fracciones de aceites lubricantes indeseables o porciones
30 de las mismas, aunque generalmente son eficaces para aumen-



tar el I.V. de la fracción tratada adicionalmente, obtiene un aumento de I.V. a expensas de pérdidas sustanciales de viscosidad junto con pérdidas cuantitativas sustanciales para formar materiales de menor punto de ebullición, menos deseables.

5

De acuerdo con el procedimiento de este invento, las fracciones de aceite lubricante indeseables o porciones de las mismas que tienen una viscosidad mayor que la viscosidad de los componentes de mínimo punto de ebullición del producto de aceite lubricante procedente de una operación de hidrotratamiento, son recirculadas o recicladas hasta la extinción en la etapa de hidrotratamiento. Inesperadamente, se ha encontrado que cuando se realizan la etapa de hidrotratamiento y la operación de recirculación o reciclación de acuerdo con este invento, hay un aumento global de materiales con viscosidad deseada y un aumento del I.V. del producto sin una excesiva pérdida en forma de materiales de aceites no lubricantes de menor punto de ebullición. Estos resultados ventajosos de este invento aparecen no solo por un aumento general del I.V. del producto total sino también por un aumento significativo del I.V. de las fracciones de menor punto de ebullición, de menor viscosidad y más ligeras del espectro o margen global de aceites lubricantes. Así, en lugar de tener una aguda disminución en el I.V. desde las fracciones más pesadas de aceite lubricante, hasta las fracciones más ligeras de aceite lubricante, el procedimiento de este invento es eficaz para proporcionar productos en los que el I.V. del "extremo frontal" del margen o espectro, o fracciones más ligeras, se aproxima mucho al I.V. de las fracciones más

10

15

20

25

30



pesadas de aceite lubricante.

Las materias primas de aceite lubricante
crudo apropiadas para el tratamiento de acuerdo con el pro-
cedimiento de este invento pueden ser cualquiera de los ti-
5 pos bien conocidos en la técnica, las cuales materias pri-
mas hierven generalmente por encima del margen del aceite
combustible, e incluyen materiales que hierven en el mar-
gen del gas-oil o del gas-oil pesado, y superior. Así,
por ejemplo, dichas materias primas de aceite lubricante
10 crudas hierven usualmente predominantemente por encima de
aproximadamente 316°C e incluyen materias primas que osci-
lan entre destilados y residuos obtenidos de torres de va-
cío o a la presión atmosférica. Generalmente, se conside-
ra que los destilados abarcan materias primas que hierven
15 en el margen desde aproximadamente 316°C hasta aproxima-
damente 538 ó 593°C, mientras que los residuos pueden ser de-
finidos como que comprenden los materiales más difícilmen-
te evaporables, que generalmente no pueden ser destilados
sin realizar la descomposición o craqueo de la materia pri-
20 ma. Ilustrativos de dichas materias primas de aceite lubri-
cante crudas apropiadas, son los materiales destilados que
hierven por encima de aproximadamente 316°C obtenidos de
aceites crudos de Ordovician o de Kuwai así como aceites
desasfaltados, valvulinas o aceites lubricantes de alta
25 viscosidad, residuos de bajo contenido de carbono y resi-
duos de destilación atmosférica o bajo vacío. Se ha encon-
trado que materias primas de alimentación particularmente
apropiadas para emplearse en este invento pueden ser de la
naturaleza de los denominados "residuos largos", la cual
30 materia prima puede ser obtenida como la fracción de colas



de una torre a la presión atmosférica y usualmente hervirá entre aproximadamente 399°C y temperaturas superiores. Cuando se trata un material residual, ya sea obtenido a partir de una destilación a la presión atmosférica o en vacío, se ha encontrado que es usualmente conveniente someter a dicha materia prima a un tratamiento de desasfaltamiento, tal como un tratamiento con un disolvente parafínico ligero, particularmente propano. Se debe puntualizar, sin embargo, que puede no ser necesario someter a todas las fracciones residuales a un tratamiento de desasfaltamiento antes de introducirlas o cargarlas en el procedimiento de este invento. Así, por ejemplo, las fracciones residuales obtenidas de un aceite crudo del tipo de Pennsylvania tienen en muchos casos un contenido de asfaltos suficientemente bajo para que no sea necesario el desasfaltamiento. Las materias primas cargadas o introducidas en el procedimiento de este invento pueden incluir también materiales que han sido tratados para la reducción del contenido de aromáticos tales como, por ejemplo, los refinados de los procedimientos de extracción con disolvente, incluyendo el refinado de un tratamiento Duo-Sol.

Para conducir el procedimiento de este invento, se emplea una temperatura dentro del margen desde aproximadamente 316°C a aproximadamente 482°C, y preferiblemente desde aproximadamente 371°C a aproximadamente 427°C, a una presión desde aproximadamente 70 a aproximadamente 350 kg. por cm² manométricos y preferiblemente desde aproximadamente 140 a aproximadamente 280 kg por cm² manométricos, una velocidad espacial horaria de líquido (V.E.H.L.) desde aproximadamente 0,1 a aproximadamente 10,0, y prefe-



5
10
15
20
25

riblemente desde aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3,0 volúmenes de materia prima de carga total por hora por volumen de catalizador, y un caudal de alimentación total de hidrógeno al reactor desde aproximadamente 17,8 a aproximadamente 356 m³ en condiciones normales de hidrógeno por 100 Litros de materia prima de carga y preferiblemente de aproximadamente 35,6 a aproximadamente 107 m³ en condiciones normales por 100 litros. No es necesario que se cargue gas hidrógeno puro en el procedimiento de este invento, y se pueden emplear corrientes gaseosas que contienen hidrógeno disponibles de otros procedimientos en una refinería, tales como, por ejemplo, la corriente de hidrógeno procedente de un procedimiento de reforma. Generalmente, sin embargo, cualquiera de dichas corrientes que contienen hidrógeno deberá estar compuesta por al menos aproximadamente 60% de hidrógeno y preferiblemente al menos aproximadamente 85% de hidrógeno. Tal como se ha mencionado anteriormente, es necesario reciclar o recircular una corriente al procedimiento de este invento, y el grado de reciclación o recirculación empleado puede variar entre aproximadamente 10 y aproximadamente 500 ó 600% en volumen de la recirculación o reciclado, basado en la alimentación de nueva aportación. Preferiblemente, sin embargo, el grado de reciclación o recirculación empleado será al menos de aproximadamente 50% en volumen basado en la alimentación de nueva aportación.

30

El catalizador empleado en este invento es un catalizador de dos componentes que comprende un componente hidrogenante compuesto o mezclado con un soporte o base que tiene exigencias particulares, que se describirán



seguidamente de manera más completa. El componente hidrogenante puede incluir cualquiera de los metales hidrogenantes bien conocidos del grupo VI y del grupo VIII, y sus óxidos o sulfuros, solos o en combinación. El soporte o base del catalizador requerido en este procedimiento debe poseer alguna actividad de craqueo y además no debe poseer una excesiva actividad de craqueo. Para este fin, el soporte debe tener una actividad de craqueo en la escala de Kellogg menor de aproximadamente 30 y preferiblemente menor de aproximadamente 20. Ilustrativa de tales soportes es la alúmina. Así, por ejemplo, catalizadores particularmente apropiados incluyen combinaciones de níquel y wolframio, preferiblemente níquel sulfurado y wolframio sobre un soporte de alúmina así como una combinación de níquel, cobalto y molibdeno sobre un soporte de alúmina. Los catalizadores empleados en el procedimiento de este invento también pueden ser activados con una pequeña cantidad de un halógeno, tal como, por ejemplo, desde aproximadamente 0,2 a aproximadamente 10% del peso total del catalizador. Preferiblemente, el contenido de halógeno del catalizador se encuentra dentro del margen de aproximadamente 1,0% y aproximadamente 5,0% en peso. De acuerdo con este invento, se ha encontrado que es máximamente ventajoso emplear flúor como el halógeno activador, particularmente cuando se emplea un catalizador de níquel y wolframio. En cualquier caso, sin embargo, se debe puntualizar que la actividad de craqueo de la base, ya esté activado o no activado el catalizador por adición de flúor, no debe pasar de aproximadamente 30 en la escala de Kellogg.

5
10
15
20
25
30

Aunque el contenido de metales del cataliza-



2
dor utilizado en este procedimiento puede variar entre aproximadamente 5 y aproximadamente 50% en peso, se prefiere emplear catalizadores que contengan al menos aproximadamente 10% en peso de metales totales. Una forma de catalizador particularmente preferida, empleada en el procedimiento de este invento, comprende una combinación de níquel y wolframio sobre alúmina en que el níquel y el wolframio constituyen al menos aproximadamente 20% en peso del catalizador total, y preferiblemente al menos aproximadamente 30% en peso, estando el níquel y el wolframio presentes en una proporción atómica de níquel a wolframio que varía entre aproximadamente 2,25:1 y aproximadamente 6:1, y preferiblemente entre aproximadamente 2'5:1 y aproximadamente 5'0:1.

15 El catalizador empleado en el presente invento puede ser preparado utilizando cualquiera de las técnicas para la preparación de catalizadores de múltiples componentes, bien conocidos en la técnica o ramo. Así, por ejemplo, el catalizador de este invento puede ser preparado 20 impregnando una alúmina calcinada empleando una solución de las sales de los metales deseados. Cuando se desea incorporar un activador de halógeno en el catalizador, el halógeno también puede ser incluido en la solución impregnante. Dependiendo de los metales particulares que se 25 han de emplear en el catalizador y de la cantidad de metal deseado en el catalizador, la impregnación puede conducirse en una etapa o en una pluralidad de etapas, de acuerdo con técnicas bien conocidas en el ramo.

30 La operación de hidrotratamiento que emplea las condiciones y el catalizador antes descritos de acuerdo



2 FEB 1968

con este invento, es eficaz para producir una cantidad sustancial, sobre una base no desparafinada, de al menos aproximadamente 50% en volumen basado en la materia prima de aceite lubricante cruda de nueva aportación, de un aceite lubricante hidrotreatado que hierve por encima de aproximadamente 316°C. Preferiblemente, se produce al menos aproximadamente 75% en volumen de aceite lubricante no desparafinado. A partir del aceite lubricante hidrotreatado se selecciona al menos una fracción que tiene una viscosidad mayor que la viscosidad de los componentes de mínimo punto de ebullición del aceite lubricante y al menos una porción de la fracción así seleccionada es reciclada o recirculada a la etapa de hidrotreatamiento. En cualquier operación particular de refinería, la fracción o fracciones específicas seleccionadas están determinadas por la demanda del mercado para diversos aceites lubricantes que suministra la refinería. Así, por ejemplo, la fracción seleccionada pueden ser los componentes de máximo punto de ebullición del aceite lubricante hidrotreatado o puede ser alguna fracción intermedia, es decir ni los componentes de máximo punto de ebullición ni los componentes de mínimo punto de ebullición, ni los componentes más viscosos ni los componentes menos viscosos. Si la fracción o fracciones particulares seleccionadas representan un aceite o aceites lubricantes completamente indeseables, toda la fracción o fracciones pueden ser recicladas o recirculadas entonces a la etapa de hidrotreatamiento. Así, si por el contrario, la situación es tal que simplemente se produce una cantidad excesiva de una fracción o fracciones particulares, entonces solo el exceso de la fracción o fracciones sería reciclada



o recirculada de acuerdo con este invento.

El resultado de reciclar o recircular la fracción o fracciones seleccionadas de acuerdo con este invento es el de la producción de una cantidad aumentada de producto de aceite lubricante hidrotratado de menor viscosidad que hierve por encima de aproximadamente 316°C con un aumento concomitante o simultáneo en el I.V. del producto deseado, al mismo tiempo que se hace mínima la producción de materiales de aceite no-lubricante de menor punto de ebullición. Así, de acuerdo con este invento, la producción global de material que hierve por debajo de aproximadamente 316°C es menor de aproximadamente 50% en volumen basado en el aceite lubricante crudo de nueva aportación y preferiblemente es menor de aproximadamente 40% en volumen. Por otra parte, sin embargo, la producción global de aceite lubricante hidrotratado deseado, sobre una base no desparafinada, estará por encima de aproximadamente 70% en volumen basado en el aceite lubricante crudo de nueva aportación, y usualmente estará más cercana o próxima a aproximadamente 80% en volumen. Sobre una base desparafinada, estos rendimientos son equivalentes a la producción de aproximadamente 60% en volumen o más de aceite lubricante hidrotratado deseado, basado en el aceite lubricante crudo de nueva aportación.

Se sobreentenderá, que la proporción o grado de reciclación o recirculación particular empleada estará determinada por la cantidad de fracciones indeseables producidas inicialmente, y por las exigencias del mercado. Generalmente, sin embargo, se deberá emplear una proporción o relación de reciclado o recirculación de al menos aproxima



madamente 1.0% en volumen basado en la alimentación de nueva aportación. De acuerdo con este invento, se ha encontrado que relaciones o proporciones de reciclado o recirculación hasta de aproximadamente 300% en volumen son satisfactorias en la mayor parte de los casos, y a veces se pueden emplear de manera conveniente relaciones o proporciones de reciclado o recirculación tan altas como 500 ó 600% en volumen.

La fracción o fracciones particulares que han de ser recicladas o recirculadas a la operación de hidrotratamiento de este invento se pueden obtener a partir de la corriente de fluido saliente del aparato hidrotratador antes o después de que dicha corriente haya sido desparafinada. Se prefiere, no obstante, reciclar o recircular los materiales no desparafinados a la operación de hidrotratamiento con el fin de realizar una conversión adicional de algunos de los constituyentes parafínicos para formar aceites lubricantes deseables. El reciclado o recirculación de una fracción subsiguientemente a la desparafinación es bastante satisfactoria y, si la producción de parafina es una operación deseada de una refinería particular, permite la recuperación de una mayor cantidad de parafina.

Se hace referencia a los dibujos anejos que muestran un diagrama de flujo o organigrama esquemático que ilustra el procedimiento básico de este invento y las variaciones del mismo.

La materia prima de alimentación de nueva aportación, que comprende una materia prima de aceite lubricante cruda que hierve por encima de aproximadamente



343°C, es hecha pasar por medio de la conducción 10 al reactor 12. El hidrógeno que fluye con un caudal de aproximadamente 89 m³ en condiciones normales por 100 litros de materia prima de alimentación de nueva aportación, es introducido en la conducción 10 por medio de la conducción 14. En el reactor de hidrot ratamiento 12 la alimentación de nueva aportación de la conducción 10, junto con el hidrógeno de la conducción 14, son puestos en contacto con un catalizador de dos componentes que comprende un componente de hidrogenación compuesto o mezclado con una base de craqueo que tiene una actividad menor de aproximadamente 30. La temperatura, la presión y la velocidad espacial mantenidas en el reactor 12 están dentro de los márgenes antes descritos. El fluido saliente procedente del reactor de hidrot ratamiento 12 es hecho pasar por medio de la conducción 16 al aparato fraccionador 18. El hidrógeno y los hidrocarburos gaseosos son retirados como cabezas del fraccionador 18 por medio de la conducción 20, mientras que el aceite combustible y los productos líquidos más ligeros son retirados por medio de la conducción 22, y son hechos pasar a medios de recuperación de producto, no mostrados. Las conducciones 24, 26 y 28 están previstas para la retirada o eliminación de fracciones de aceite lubricante que hierven por encima de 343°C, siendo retirados los aceites lubricantes más ligeros por medio de la conducción 24 y siendo hechos pasar a una operación de desparafinación con disolvente representada por el bloque 30. El producto de aceite lubricante ligero desparafinado es retirado de la operación de desparafinación 30 por medio de la conducción 32, y es hecho pasar a medios de recuperación de producto, no



mostrados. Una mezcla de parafina y petroleo es retirada de la operación de desparafinación con disolventes, tal como se indica por la conducción 33. La conducción 26 de los dibujos es representativa de la retirada desde el fraccionador 18 de una fracción intermedia de aceite lubricante, es decir una fracción que tiene una viscosidad mayor y un punto de ebullición superior a los de la fracción ligera retirada por medio de la conducción 24. La línea 28 es representativa de la retirada, desde el fraccionador 18, de una fracción pesada de aceite lubricante, es decir un aceite lubricante que comprende los componentes de máximo punto de ebullición y maximamente viscosos del aceite lubricante total.

El organigrama o esquema de flujo del dibujo anejo ilustra una disposición que permite operaciones alternativas de acuerdo con este invento que pueden resultar deseables, al ser dictadas por las variaciones de demanda para diferentes tipos de aceites lubricantes. Así, en un tipo de trabajo, la válvula 34 de la conducción 26 sería abierta, mientras que la válvula 36 de la conducción 38, la cual conducción conecta con la conducción 26, sería cerrada, haciendo pasar de esta manera la fracción intermedia de la conducción 26 directamente a la operación de desparafinación 30, para producir una fracción intermedia de aceite lubricante desparafinada, que puede ser retirada de la operación de desparafinación 30 y puede ser hecha pasar a medios de almacenamiento de producto, no mostrados, por medio de la conducción 40. En este tipo de trabajo, la válvula 42 de la conducción 44 sería cerrada mientras que la válvula 46 de la conducción 48 sería abierta, permitiendo de ésta manera que el aceite lubricante pesado, hidro-



tratado y no desparafinado, fuese retirado del fraccionador
18 por medio de la conducción 28, y fuese hecho pasar en-
tonces por las conducciones 48 y 50 de vuelta a la conduc-
ción 10, para ser reciclada o recirculada al reactor de hi-
drotratamiento 12.

Alternativamente, la válvula 34 de la conduc-
ción 26 puede ser cerrada mientras que la válvula 36 de la
conducción 38 es abierta, permitiendo de esta manera que
la fracción de aceite lubricante intermedio de la conduc-
ción 26 sea hecha pasar, por medio de las conducciones 38
y 50, de vuelta a la conducción 10 y después sea recicla-
da o recirculada al reactor de hidrotatamiento 12. En di-
cha operación, la válvula 46 de la conducción 48 sería ce-
rrada mientras que la válvula 42 de la conducción 44 sería
abierta, permitiendo de esta manera que la fracción de acei-
te lubricante pesado, retirada del fraccionador 18 por me-
dio de la conducción 28 fuese hecha pasar directamente a
través de la conducción 44, a la operación de desparafina-
ción 30 para proporcionar una fracción pesada de aceite lu-
bricante desparafinada, que es retirada de la operación de
desparafinación 30 y es hecha pasar al almacenamiento de
producto, no mostrado, por medio de la conducción 52.

Desde luego, se sobreentenderá, que las vál-
vulas 34, 36, 42 y 46 también pueden ser ajustadas para
efectuar el reciclado o recirculación de solamente una
porción de una o ambas fracciones intermedias de la con-
ducción 26 y/o de las fracciones pesadas de la conducción
28.

Un método alternativo de trabajo también es-
tá ilustrado en los dibujos. De acuerdo con esta variante,



las válvulas 36 y 46 son mantenidas en la posición cerrada, permitiendo de esta manera que toda la fracción intermedia sea hecha pasar directamente desde el fraccionador 18 a la operación de desparafinación 30 por medio de la conducción 26, y que toda la fracción pesada sea hecha pasar directamente desde el fraccionador 18 a la operación de desparafinación 30 por medio de las conducciones 28 y 44. Subsiguientemente a la operación de desparafinación 30, la totalidad o parte de la fracción intermedia de aceite lubricante desparafinada de la conducción 40 puede ser reciclada o recirculada por la conducción con válvula 54, mostrada con línea interrumpida. Similarmente, la totalidad o parte de la fracción pesada de aceite lubricante desparafinada de la conducción 52 puede ser también reciclada o recirculada de la manera representada por la conducción con válvula 56, también mostrada con línea interrumpida. Se observará que ambas conducciones 54 y 56 comunican con la conducción 10, que lleva la materia prima de alimentación de nueva aportación. Tal como se ha mencionado anteriormente, el trabajo de acuerdo con éste método alternativo es eficaz para aumentar la cantidad de parafina retirada de la operación de desparafinación 30 por medio de la conducción 33.

Con el fin de ilustrar este invento con mayor detalle, se hace referencia a los siguientes ejemplos.

EJEMPLO I

En este ejemplo, una valvulina o aceite lubricante de alta viscosidad desprovisto de resinas, que tiene un punto de ebullición de 5%, según ASTM-D 1.160, de 504°C, cuyos datos de inspección están mostrados en la



5
10
15
20
25
30

Tabla I siguiente, fué empleado como materia prima de carga para una serie de experimentos. En el primer experimento de esta serie se empleó una operación de un único paso o ciclo y en los dos subsiguientes experimentos se empleó la operación de reciclado o recirculación, empleando diferentes grados o relaciones de reciclado o recirculación. El catalizador empleado en los tres experimentos era un catalizador de níquel sulfurado y wolframio sobre alúmina, que habia sido activado con 2% de flúor. El contenido total de metales era de 40% en peso basado sobre el catalizador total compuesto por 20% en peso de níquel y 20% en peso de wolframio. El soporte estaba compuesto de forma sustancialmente total por una alúmina comercialmente disponible que tenía una actividad de 16,1 (AI = 18) en la escala de Kellogg.

En cada experimento, el fluido saliente del aparato hidrotratador fué fraccionado para obtener una fracción gaseosa, una fracción de aceite combustible C₆ que tiene un punto de final de destilación nominal de 316°C (punto real de 90% que varía entre 299 y 310°C), una fracción ligera de aceite lubricante y una fracción pesada de alta viscosidad que hierve por encima de aproximadamente 538°C. La fracción ligera de aceite lubricante fué desparafinada empleando una mezcla de metil-etil-cetona y tolueno 50/50 en una proporción de disolvente a aceite de 4/1 y a una temperatura del filtro de -26°C. La fracción pesada de aceite lubricante fué reciclada o recirculada a la etapa de hidrotratamiento en los dos experimentos de reciclado o recirculación, sin desparafinar. Los datos de inspección para los productos obtenidos en estos tres experimen-



F. L. P. O.

tos, junto con las condiciones de trabajo empleadas, están mostrados en la Tabla I siguiente.

25-1-68

- 21 -



T A B L A I

Condiciones de hidrotratamiento

Un único ciclo		Reciclado o recirculación	
405		404	
Tipo de experimento			
Temperatura media del catalizador: °C			
Presión en el reactor: Kg/cm ² manométricos			
Velocidad espacial: Vol./hora/vol			
Alimentación total	0,52	0,52	0,95
Alimentación de nueva aportación	0,52	0,34	0,28
Recirculación o reciclado:			
% en volumen de alimentación de nueva aportación		53	240
Consumo de hidrógeno: m ³ en condiciones normales/100 litros de alimentación de nueva aportación	11,1	12,9	19,4
Rendimiento: porcentaje en volumen de alimentación de nueva aportación			
Gas C ₅ - C ₅	0,6	0,4	0,1
Aceite combustible C ₆	16,2	28,5	37,6
Materia prima de lubricante de baja viscosidad parafínica	25,0	80,4	74,6
Aceite neutro ligero	20,8	64,6	64,5
Parafina mezclada con petróleo (15% de contenido de aceite)	4,2	15,8	10,3
Materia prima de lubricante de alta viscosidad parafínica	64,4	-	-
Recuperación total	106,2	109,3	112,3

Datos de Inspección		Carga	Aceite lubricante parafínico de alta viscosidad	Aceite neutro ligero desparafinado
Densidad: 20°C	26,8		32,4	35,8
Viscosidad, VSU: segundos a 38°C	1800 ^a		640,0 ^a	121,0
99°C	132,5		31,4	42,5
Índice de viscosidad	104		120	150
Punto de congelación: °C	29		-18	-18
Punto de inflamación: °C	310		221	213
Azufre: %	0,07		<0,05	<0,05
Residuo de carbono, Ramsbottom: %	0,70		0,17	0,03
Nitrógeno básico: ppm	72		<5	<5
Color, D1500	16,0		11,5	11,0
Índice de yodo	19,1		6,6	6,7
^a Extrapolado				

T A B L A I

Condiciones de hidrotratamiento

Tipo de experimento	Un único ciclo
Temperatura media del catalizador: °C	403
Presión en el reactor: Kg/cm ² manometricos	←-----245-----
Velocidad espacial: Vol./hora/vol	
Alimentación total	0,52
Alimentación de nueva aportación	0,52
Recirculación o reciclado:	
% en volumen de alimentación de nueva aportación	
Consumo de hidrógeno: m ³ en condiciones normales/100 litros de alimentación de nueva aportación	11,1
Rendimiento: porcentaje en volumen de alimentación de nueva aportación	
Gas C ₅ - C ₅	0,6
Aceite combustible C ₆	16,2
Materia prima de lubricante de baja viscosidad parafínica	25,0
Aceite neutro ligero	20,8
Parafina mezclada con petróleo (15% de contenido de aceite)	4,2
Materia prima de lubricante de alta viscosidad parafínica	64,4
Recuperación total	106,2

<u>Datos de Inspección</u>	<u>Carga</u>	<u>Aceite lubricante parafínico de alta viscosidad</u>	<u>Aceite ligero parafínico</u>
Densidad: °API	26,8	32,4	
Viscosidad, VSU:segundos			15
a 38°C	1800 ^a	640,0 ^a	1
99°C	132,5	81,4	
Indice de viscosidad	104	120	11
Punto de congelación:°C	29	-	-1
Punto de inflamación:°C	310	293	22
Azufre: %	0,07	<0,05	8
Residuo de carbono, Ramsbottom: %	0,70	0,07	
Nitrógeno básico: PPM	72	<5	<
Color, D1500	L6,0	L2,0	I
Indice de yodo	19,1	2,9	

^aExtrapolado



Reciclado o recirculación

404 406

245-- →

0,52	0,95
0,34	0,28
53	240
12,9	19,4
0,4	0,1
28,5	37,6
80,4	74,6
64,6	64,3
15,8	10,3
-	-
109,3	112,3

Aceite neutro
ligero despa-
rafinado

Aceite neutro ligero desparafinado

32,6	35,1	35,8
158,8	169,6	121,0
44,9	46,7	42,3
119	129	130
-18	-18	-18
221	229	213
<0,05	<0,05	<0,05
0,17	0,04	0,03
<5	<5	<5
11,5	11,0	11,0
6,6	6,7	5,1



A partir de los datos mostrados en la Tabla I anterior se observará claramente que el procedimiento de este invento no solo es eficaz para convertir fracciones de aceite lubricante indeseables en fracciones de aceite lubricante deseables, sino que también es eficaz para aumentar o acrecentar la calidad de la mayor cantidad de aceite lubricante deseado que se obtiene. Específicamente, se observará que los experimentos de recirculación o reciclado de acuerdo con este invento fueron eficaces para producir un aceite neutro ligero que tenía un índice de viscosidad al menos 10 unidades mayor del obtenido en el trabajo de un único ciclo. Además, se observará que la producción global del aceite neutro deseado en el experimento con reciclado o reciclación es aproximadamente 3 veces la cantidad de aceite neutro ligero obtenido en la operación o trabajo con un único ciclo. Además, este aumento de tres veces en el aceite neutro deseado se obtiene con un aumento relativamente pequeño de la cantidad de aceite combustible y materiales de menor punto de ebullición. También, se observará que los aceites neutros ligeros obtenidos de los experimentos con recirculación o reciclado de acuerdo con este invento son todos ellos aceites lubricantes de alta calidad, tal como se indica por su viscosidad, su alto índice de viscosidad, su bajo punto de congelación y su índice de yodo, así como un residuo de carbono sustancialmente reducido y un color ASTM-D 1.500 algo más bajo.

EJEMPLO II

En éste ejemplo, una valvulina o aceite de alta viscosidad refinada con vapor de agua, que tenía un punto de ebullición de 5%, según ASTM-D 1.160, de 499°C,



cuyos datos de inspección están mostrados en la Tabla II siguiente, fué empleada como materia prima de carga a una serie de experimentos de hidrotratamiento que emplean diversas condiciones de trabajo. En cada uno de los experimentos se practicó la operación de reciclado o recirculación de acuerdo con este invento. El catalizador empleado en los tres experimentos era el catalizador de níquel y wolframio sobre alúmina descrito en el Ejemplo I. Igualmente, tal como en el Ejemplo I, el fluido saliente del aparato hidrotratador fué fraccionado para obtener una fracción gaseosa, una fracción de aceite combustible C_6 que tenía un punto de final de destilación nominal de $316^{\circ}C$ (punto real de 90% que varía entre 299 y $310^{\circ}C$), una fracción ligera de aceite lubricante y una fracción pesada de alta viscosidad que hierve por encima de aproximadamente $538^{\circ}C$. También, como en el Ejemplo I, la fracción de aceite lubricante ligera fué desparafinada a $-26^{\circ}C$ y la fracción pesada fué reciclada o recirculada a la etapa de hidrotratamiento. Los datos de inspección para los productos obtenidos en estos tres experimentos, junto con las condiciones de trabajo empleadas, están mostrados en la Tabla II siguiente.



2 FEB 1961

T-A-B-L-A-II

Condiciones de hidrotrotamiento

Temperatura media del catalizador: °C	406	406	416
Presión del reactor: Kg/cm ² manométricos		245	
Velocidad espacial: volumen/hora/volumen Alimentación total	0,51	1,07	0,52
Alimentación de nueva aportación	0,19	0,17	0,24
Reciclado o recirculación: % en volumen de alimentación de nueva aportación	168	530	117
Consumo de hidrógeno: m ³ en condiciones normales/100 litros	16,4	21,7	16,5
Rendimientos: % en volumen de alimentación de nueva aportación	0,4	0,5	0,1
Gas C ₅ -C ₅	27,3	40,9	31,2
Aceite combustible C ₆	82,6	71,1	79,8
Materia prima de lubricante de baja viscosidad parafínica	64,4	61,3	62,4
Aceite neutro ligero	18,2	9,8	17,4
Parafina mezclada con petróleo (15% de contenido de aceite)	110,3	112,5	111,1
Recuperación total			

Datos de inspección

	Carga	Aceite neutro	ligero desparafinado
Densidad: gAPI	25,6	34,1	34,1
Viscosidad, VSU: segundos a 30°C	182,6	142,7	176,3
99°C	103	44,1	46,8
Indice de Viscosidad	10	128	124
Punto de congelación: °C	318	-21	-18
Punto de inflamación: °C	0,11	224	229
Azufre: %	1,74	<0,05	<0,05
Residuo de carbono: Ramsbottom: %	147	0,03	0,06
Nitrógeno básico: PPM	D 8,0 dil.	<5	<5
Color, D-1500	20,5	1,0	12,0
Indice de yodo		4,2	4,8

Extrapoiado

T A B L A II

Condiciones de hidrotratamiento

Temperatura media del catalizador: °C	406		
Presión del reactor: Kg/cm ² manométricos	-----		
Velocidad espacial: volumen/hora/volumen			
Alimentación total	0,51		
Alimentación de nueva aportación	0,19		
Reciclado o recirculación: % en volumen de alimentación de nueva aportación	168		5
Consumo de hidrógeno: m ³ en condiciones normales/100 litros	16,4		
<u>Rendimientos: % en volumen de alimentación de nueva aportación</u>			
Gas C ₃ -C ₅	0,4		
Aceite combustible C ₆	27,3		
Materia prima de lubricante de baja viscosidad parafínica	82,6		
Aceite neutro ligero	64,4		
Parafina mezclada con petróleo (15% de contenido de aceite)	18,2		
Recuperación total	110,5		
			11
<u>Datos de inspección</u>	<u>Carga</u>	<u>Aceite neutro</u>	<u>ligero</u>
Densidad: °API	25,6	34,1	3
Viscosidad, VSU: segundos a			
38°C	3000 ^a	182,2	14
99°C	182,6	47,3	4
Indice de Viscosidad	103	124	12
Punto de congelación: °C	10	-15	-2
Punto de inflamación: °C	318	235	22
Azufre: %	0,11	<0,05	<
Residuo de carbono: Ramsbottom: %	1,74	0,07	
Nitrógeno básico: PPM	147	<5	<
Color, D-1500	D 8,0 dil.	L2,0	
Indice de yodo	20,5	7,2	

^aExtrapolado



2 FEB

406	416
----- 245 -----	
1,07	0,52
0,17	0,24
530	117
21,7	16,5
0,5	0,1
40,9	31,2
71,1	79,8
61,3	62,4
9,8	17,4
112,5	111,1
tro ligero desparafinado	
35,2	34,1
142,7	176,3
44,1	46,8
128	124
-21	-18
224	229
<0,05	<0,05
0,03	0,06
<5	<5
1,0	12,0
4,2	4,8



A partir de los datos mostrados en la Tabla III anterior, se observará que el procedimiento de este invento es apropiado para tratar una materia prima de carga incluso algo menos deseable que la empleada en el Ejemplo I, y que se pueden emplear un amplio margen de temperaturas así como velocidades espaciales variables de acuerdo con este invento, para obtener rendimientos cuantitativos satisfactorios de aceites lubricantes de alta calidad. Así, por ejemplo, en todos los experimentos mostrados en la Tabla II, se obtuvo un rendimiento de aceite neutro ligero desparafinado superior a 60% en volumen, y también la producción de aceite combustible y materiales más ligeros era siempre de aproximadamente 40% en volumen o menos. El examen de los datos de inspección para los tres productos indica que los aceites neutros ligeros obtenidos eran aceites lubricantes de alta calidad que tenían un alto índice de viscosidad y bajos contenidos de azufre, nitrógeno y residuos de carbono. Similarmente, el color ASTM-D y el índice de yodo de los productos eran satisfactoriamente bajos.

Un examen y una comparación de los datos mostrados en ambas Tablas I y II demuestra que los productos obtenidos de las dos diferentes materias primas de alimentación eran de excelente calidad, tal como se indica por unos contenidos de nitrógeno y de azufre casi despreciables, bajos residuos de carbono (0'03-0'07%), bajos índices de yodo (4-7) y buen color (L 1'0-L 2'0). Es de interés particular una comparación de los productos de aceite neutro ligero obtenidos del tratamiento de reciclado o recirculación de las materias primas de valvulinas o aceites lubricantes



de alta viscosidad desprovistas de resinas y refinadas con vapor de agua de los Ejemplos I y II, respectivamente. Aunque la materia prima de valvulina o aceite lubricante de alta viscosidad desprovista de resinas tiene una viscosidad sustancialmente menor (132'5 en comparación con 182'6 SSU a 99°C), un residuo de carbono más de 50% inferior (0,70% en comparación con 1'74%) y un contenido de nitrógeno (de 72 en comparación con 147 PPM) y un mejor color (L 6'0 en comparación con D 8'0 diluído) que la materia prima refinada con vapor de agua, el rendimiento y el IV de los aceites neutros ligeros procedentes del hidrotatamiento con recirculación o reciclado de la materia prima refinada con vapor de agua eran bastante similares a los del tratamiento con recirculación o reciclado con la materia prima desprovista de resinas. Esta similitud de la calidad de los diversos productos obtenidos también es bastante sorprendente a la luz de las variaciones muy grandes de las condiciones de reacción. Dichos resultados están en agudo contraste con los usualmente observados en una operación de hidrotatamiento de un único ciclo. Se observará por lo tanto, que a despecho de las amplias variaciones de calidad de las dos materias primas de alimentación, el margen de temperaturas de trabajo de 404 a 416°C y la variación de 100% en las velocidades espaciales desde 0,5 a 1.0, los rendimientos de aceites neutros ligeros desparafinados oscilaban solo entre 61'3 y 64'6%, mientras que los valores de I.V. de dichos aceites variaban dentro del muy estrecho margen de 124 a 130.

Una comparación adicional de los datos de la Tabla I y de la Tabla II indica que cuando se realiza un



procedimiento con recirculación y reciclado de acuerdo con este invento, altas velocidades espaciales y un trabajo con alto porcentaje o relación de recirculación favorecen la conversión de la parafina. Tanto en la Tabla I como en la Tabla II, el rendimiento de parafina mezclada con petróleo era aproximadamente 5 a 8% menor con una velocidad espacial de 1,0 que con una velocidad espacial de 0,5. Se obtuvieron rendimientos correspondientemente superiores de las fracciones C₆ a aceite combustible durante las operaciones con velocidad espacial de 1,0. Así, se observará que la alta velocidad espacial y el trabajo con una alta relación o proporción de recirculación o reciclado conducen a su vez a mayores rendimientos de subproductos, de aceite combustible y de productos más ligeros. Inversamente, se prefieren una baja velocidad espacial y bajas proporciones o relaciones de recirculación o reciclado cuando se desean altos rendimientos de parafina como subproducto.

EJEMPLO III

En este Ejemplo, se empleó una mezcla de materia prima de alimentación de aceite lubricante de Kuwait, que tenía los datos de inspección mostrados en la Tabla III siguiente, en calidad de materia prima de carga para las operaciones de hidrotreamiento de un único ciclo y las de recirculación o reciclado. El catalizador empleado en ambas operaciones de un único ciclo y con recirculación o reciclado era el mismo catalizador de níquel sulfurado y wolframio sobre alúmina que se empleó en los Ejemplos I y II. A diferencia de los experimentos con recirculación o reciclado mostrados en los Ejemplos I y II, la ope



ración de reciclado o recirculación de este Ejemplo se condujo reciclando o recirculando una fracción intermedia, es decir ni la fracción de aceite lubricante más pesada ni la más ligera. Las condiciones de trabajo particulares empleadas, así como los rendimientos obtenidos, también están mostrados en la Tabla III siguiente.

5



12

T A B L A III

Datos de inspección de la materia prima de carga.

Densidad: SAPI 20,2
 Viscosidad, VSU: segundos a 99°C 108,4
 Punto de congelación: °C 29
 Punto de inflamación: °C 266
 Azufre: % 5,0
 Residuo de carbono, Rams.: % 1,4
 Contenido total de nitrógeno: PPM 340
 Índice de yodo 15,5

Condiciones de tratamiento:

Tipo de experimento Un único ciclo Reciclado o recirculación
 Temperatura media del catalizador: °C 599
 Presión en el reactor: Kg/cm² manométricos 210

VESEL

Alimentación total 1,0 1,0
 Alimentación de nueva aportación 1,0 0,91
 Reciclado o recirculación: % en volumen 10,
 Consumo de H₂: m³ en condiciones normales/100 litros 20,5

Rendimientos de productos: % en volumen de alimentación de nueva aportación

Gases C₅-C₅ 1,2
 Aceite combustible C₆ 18,5
 Materia prima de lubricante parafínica 86,9
 Parafina mezclada con petróleo (15% de contenido de aceite) 13,9
 Materia prima lubricante desparafinada 73,0 (IV)
 Lubricante ligero 7,0 -
 SAE 10 8,0 (90)
 Neutro 225 (recirculación^a) 11,3 (100)
 SAE 30 35,0 (165)
 150 materia prima bruta 11,7 (168)

^aReciclado como aceite lubricante parafínico antes de desparafinar.

T A B L A III

Datos de inspección de la materia prima de carga.

Densidad: \varnothing API

Viscosidad, VSU: segundos a 99 \varnothing C

Punto de congelación: \varnothing C

Punto de inflamación: \varnothing C

Azufre: %

Residuo de carbono, Rams.; %

Contenido total de nitrógeno: PPM

Indice de yodo

Condiciones de tratamiento:

Tipo de experimento

Un único ciclo

Temperatura media del catalizador: \varnothing C

Presión en el reactor: Kg/cm² manométricos

VEHL

Alimentación total

1,0

Alimentación de nueva aportación

1,0

Reciclado o recirculación: % en volumen de alimentación de nueva aportación

-

Consumo de H₂: m³ en condiciones normales/100 litros

19,6

Rendimientos de productos: % en volumen de alimentación de nueva aportación

Gases C₃-C₅

1,2

Aceite combustible C₆

18,5

Materia prima de lubricante parafínica

86,9

Parafina mezclada con petróleo (15% de contenido de aceite)

13,9

Materia prima lubricante desparafinada

73,0

(IV)

Lubricante ligero

7,0

-

SAE 10

8,0

(90)

Neutro 225 (recirculación^a)

11,3

(100)

SAE 30

35,0

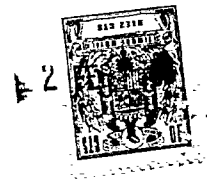
(105)

150 materia prima bruta

11,7

(108)

^aRecirculado como aceite lubricante parafínico antes de desparafinar.



20,2
108,4
29
266
3,0
1,4
340
15,5

Reciclado o recirculación

-----399-----

-----210-----

1,0	
0,91	
10,	
20,5	
1,25	
25,0	
84,75	
13,55	
71,2	(IV)
12,8	-
15,25	(104)
-	-
32,1	(105)
11,05	(108)

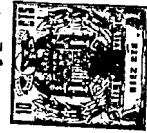


2 FEB

A partir de los datos mostrados en la Tabla III anterior se observará que el procedimiento de este invento es eficaz para convertir una fracción indeseable de aceite lubricante intermedia, ilustrada por el 225 neutro, en fracciones de aceite lubricante deseadas. Además, se observará que, tal como se demostró también en el Ejemplo I, el procedimiento de este invento es eficaz no solo para aumentar la cantidad de fracciones deseadas de aceite lubricante sino también para acrecentar la calidad de dichas fracciones. Específicamente, se observará que el rendimiento de aceite SAE 10 fué aumentado desde solamente 8% en volumen hasta 15,25% en volumen cuando se empleó la técnica con recirculación o reciclado de este invento, a diferencia de la operación convencional de un único ciclo. Además, este aumento de rendimiento de las fracciones deseadas de aceite lubricantes está acompañado por un aumento sustancial del índice de viscosidad de dichas fracciones, tal como está ilustrado por el aumento desde 90 a 104 del aceite SAE 10. También, se observará que el procedimiento de este invento es eficaz para aumentar tanto la cantidad como la calidad de las fracciones deseadas de aceite lubricante sin disminuir significativamente el rendimiento global de aceites lubricantes.

EJEMPLO IV

En este Ejemplo, se empleó una materia prima de aceite lubricante desasfaltada obtenida de un aceite crudo de Ordovician y que tenía los datos de inspección mostrados en la Tabla IV siguiente, en calidad de materia prima de carga en dos experimentos separados. En un experimento, el catalizador empleado estaba compuesto por 6% en peso



de níquel, 19% en peso de wolframio y 2% en peso de flúor sobre un soporte de craqueo comercial, que comprendía 75% en peso de sílice y 25% en peso de alúmina. Este soporte tenía una actividad en la escala de Kellogg de 73,9. El catalizador empleado en el otro experimento era el mismo catalizador de níquel, wolframio y flúor sobre alúmina empleado en los Ejemplos precedentes. En ambos experimentos, la materia prima de alimentación fué sometida a una operación de doble paso o ciclo, siendo registrados los datos de rendimiento después del primer ciclo y después del segundo ciclo, en ambos experimentos. Las condiciones particulares de trabajo empleadas, juntamente con los datos de rendimientos, también están mostrados en la Tabla IV siguiente.



T A B L A IV

Datos de inspección de materia prima de carga.

Densidad: ρ_{API} 24,0
 Viscosidad, VSU: segundos a 99°C 161,0
 Punto de congelación: °C -13,3
 Azufre: % 0,2
 Residuo de carbono de Conradson: % 1,85
 Índice de yodo 13,2

Condiciones de tratamiento

Temperatura media del catalizador: °C 399
 Presión en el reactor: Kg/cm² manométricos 210

VBHL

Primer ciclo 2,0 1,5
 Segundo ciclo 2,0 1,5
 Global 1,0 0,75
 Tipo de catalizador 6% Ni-19% W-2% F sobre sílice-alúmina 20% Ni-20% W-2% F sobre alúmina

Rendimiento de productos: % en volumen de aceite desasfaltado

Operación de primer ciclo
 C₆-585°C 10,8
 385°C y más (aceite desparafinado) 82,0
 Índice de viscosidad 100
 Operación de segundo ciclo
 C₆-585°C 40,9
 385°C y más (aceite desparafinado) 58,9
 Índice de viscosidad 117

T A B L A IV

Datos de inspección de materia prima de carga.

Densidad: °API
 Viscosidad, VSU: segundos a 99°C
 Punto de congelación: °C
 Azufre: %
 Residuo de carbono de Conradson: %
 Índice de yodo

Condiciones de tratamiento

Temperatura media del catalizador: °C
 Presión en el reactor: Kg/cm² manométricos

VEHL

Primer ciclo
 Segundo ciclo
 Global
 Tipo de catalizador

2,0
 2,0
 1,0
 6% Ni-19% W-2% F
 sobre sílice alu
 mina

Rendimiento de productos: % en volumen de aceite desasfaltado

Operación de primer ciclo

C ₆ -385°C	10,8
385°C y más (aceite desparafinado)	80,7
Índice de viscosidad	100

Operación de segundo ciclo

C ₆ -385°C	40,9
385°C y más (aceite desparafinado)	58,9
Índice de viscosidad	117



24,0

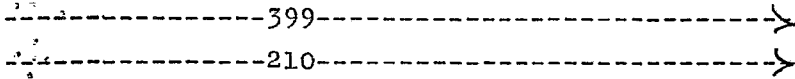
161,0

-13,3

0,2

1,85

13,2



1,5

1,5

0,75

2% F
alu

20% Ni-20% W-2% F
sobre alúmina

10,5

82,0

100

25,0

71,0

117



A partir de los datos mostrados en la Tabla IV anterior se observará claramente que la recirculación o reciclado o nuevo tratamiento de un material de producto, cuando se emplea un catalizador de hidrotreatmento más tradicional, que no satisface las exigencias del invento de los solicitantes, dan como resultado sustancialmente lo que se ha encontrado previamente en la técnica anterior, es decir que cualquier intento de volver a tratar un producto hidrotreatado da como resultado una producción indeseablemente alta de fracciones de aceites no lubricantes de menor punto de ebullición. Este fenómeno está demostrado de manera bastante clara por comparación de los rendimientos obtenidos en las operaciones de primer ciclo y de segundo ciclo empleando el catalizador de níquel y wolframio sobre sílice y alúmina antes mostrado. Así, se observará que como resultado de la operación de segundo ciclo hubo un aumento de 30% en volumen de materiales de aceites no lubricantes y una reducción en el producto de aceite lubricante hasta menos de 60%. En contraste con esto se encuentran los resultados obtenidos cuando se vuelve a tratar el producto hidrotreatado empleando el catalizador requerido por este invento. También, se observará que el índice de viscosidad del producto obtenido como resultado de la operación de segundo ciclo fué aumentado desde 100 hasta 117, al mismo tiempo que se mantenía todavía un rendimiento comparativamente alto (71% en volumen) de aceites lubricantes, y sin aumentar de manera excesiva la cantidad de materiales de menor punto de ebullición producidos.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 14 de Diciembre 1966



bajo el nº 601.587, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para hidrotreatar una materia prima de aceite lubricante cruda para proporcionar un aceite lubricante que tiene una distribución deseada de rendimiento y viscosidad, y un índice de viscosidad deseado, el cual procedimiento comprende someter a la materia prima de aceite lubricante cruda a un hidrotreatamiento o tratamiento con hidrógeno a una temperatura desde aproximadamente 316° a aproximadamente 482°C , a una presión entre aproximadamente 70 y aproximadamente 350 kg por cm^2 manométricos, a una velocidad espacial horaria de líquido de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 10,0 volúmenes del material de carga total por hora y por volumen de catalizador, y un caudal de alimentación de hidrógeno de aproximadamente 17,8 a aproximadamente 356 m^3 en condiciones normales por 100 litros en la presencia de un catalizador de dos componentes, que comprende un componente hidrogenante compuesto o mezclado con una base para craqueo que tiene una acti-



12

5 vidad en la escala de Kellogg menor de aproximadamente 30,
para producir de esta manera, sobre una base no desparafi-
nada al menos aproximadamente 50% en volumen, basado en la
materia prima de aceite lubricante cruda de nueva aporta-
ción, de aceite lubricante que hierve por encima de apro-
ximadamente 316°C, seleccionar al menos una fracción del
aceite lubricante hidrotratado, la cual fracción tiene una
viscosidad mayor que la viscosidad de los componentes de
punto de ebullición mínimo del aceite lubricante, y reci-
clar o recircular al menos una porción de la fracción se-
leccionada a la operación o etapa de hidrotratamiento pa-
ra producir de esta manera un producto total de aceite lu-
bricante que hierve por encima de aproximadamente 316°C,
que tiene una proporción aumentada de material de menor
viscosidad y un índice de viscosidad aumentado, al mismo
tiempo que se produce un total de menos de aproximadamente
50% en volumen, basado en la materia prima de aceite lubri-
cante cruda de nueva aportación, de materiales que hierven
por debajo de aproximadamente 316°C.

15
20 2.- Un procedimiento de acuerdo con la rei-
vindicación 1, en que el hidrotratamiento se conduce a una
temperatura desde aproximadamente 371° a aproximadamente
427°C, a una presión desde aproximadamente 140 a aproxima-
damente 280 kg por cm² manométricos, con una velocidad es-
pacial horaria de líquido desde aproximadamente 0,5 a apro-
ximadamente 5,0 volúmenes de materia prima de carga total
por hora y por volumen de catalizador, y una velocidad o
caudal de alimentación de hidrógeno desde aproximadamente
25 35,6 a aproximadamente 107 m³ en condiciones normales por
30 100 litros.

2 FEB



3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que la fracción seleccionada es reciclada o recirculada a la etapa de hidrot ratamiento con una proposición o grado desde aproximadamente 50% a aproximadamente 600% en volumen, basado en la materia prima de aceite lubricante cruda de nueva aportación.

4.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en que el grado o proporción de recirculación o reciclado es al menos de 100% en volumen.

5.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que la cantidad del aceite lubricante que hierve por encima de 316°C, producido en la etapa de hidrot ratamiento, sobre una base no desparafinada, es al menos de aproximadamente 75% en volumen, basado en la materia prima de aceite lubricante cruda de nueva aportación, y la producción total de materiales que hierven por debajo de aproximadamente 316°C es menor de aproximadamente 40% en volumen basado en la materia prima de aceite lubricante cruda de nueva aportación.

6.- UN PROCEDIMIENTO PARA HIDROTRATAR UNA MATERIA PRIMA DE ACEITE LUBRICANTE CRUDA.

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

Esta Memoria consta de treinta y siete hojas escritas por una sola de sus caras.

Madrid,

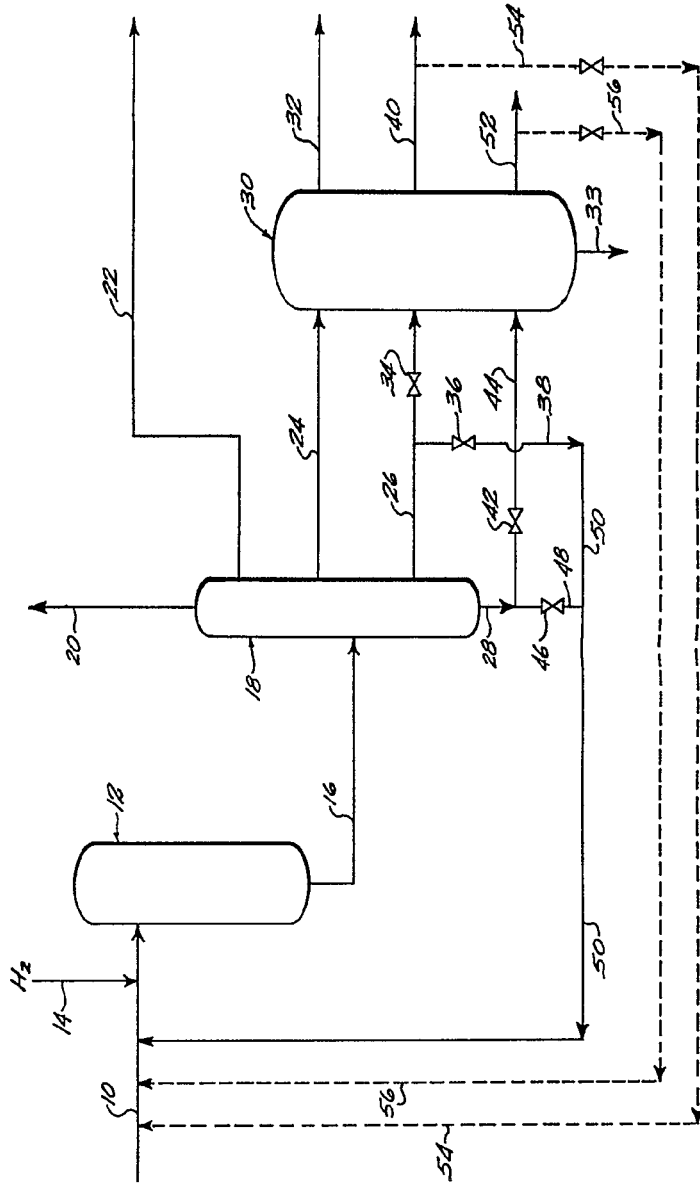
P.A.

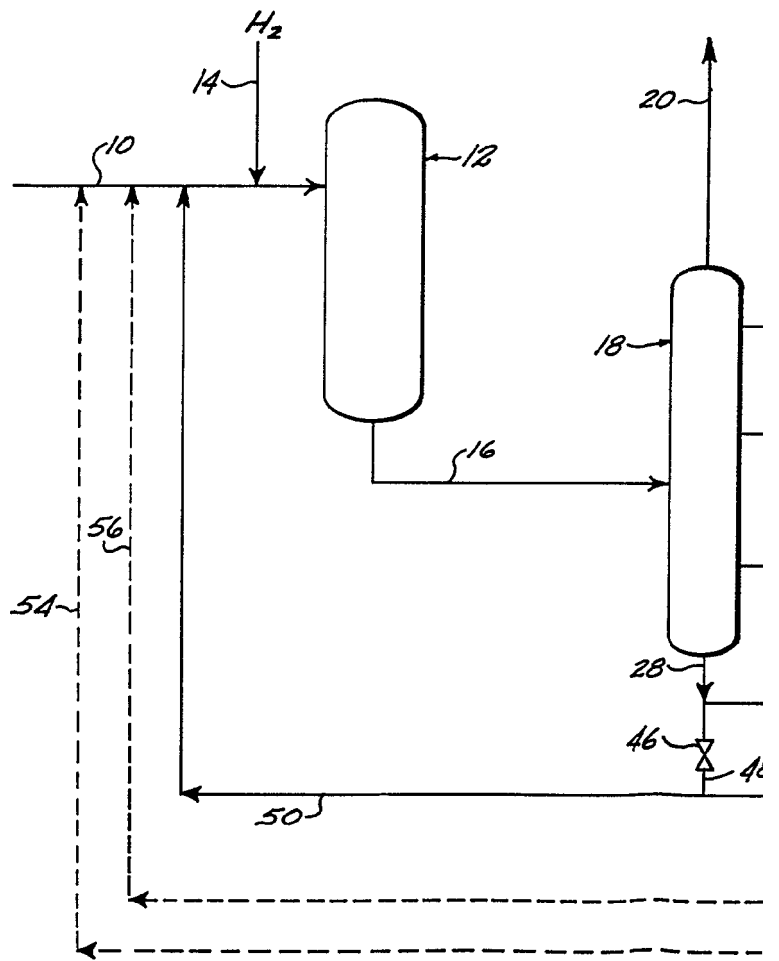
2 FEB 1968

Alberto de Elshorn
P.A.

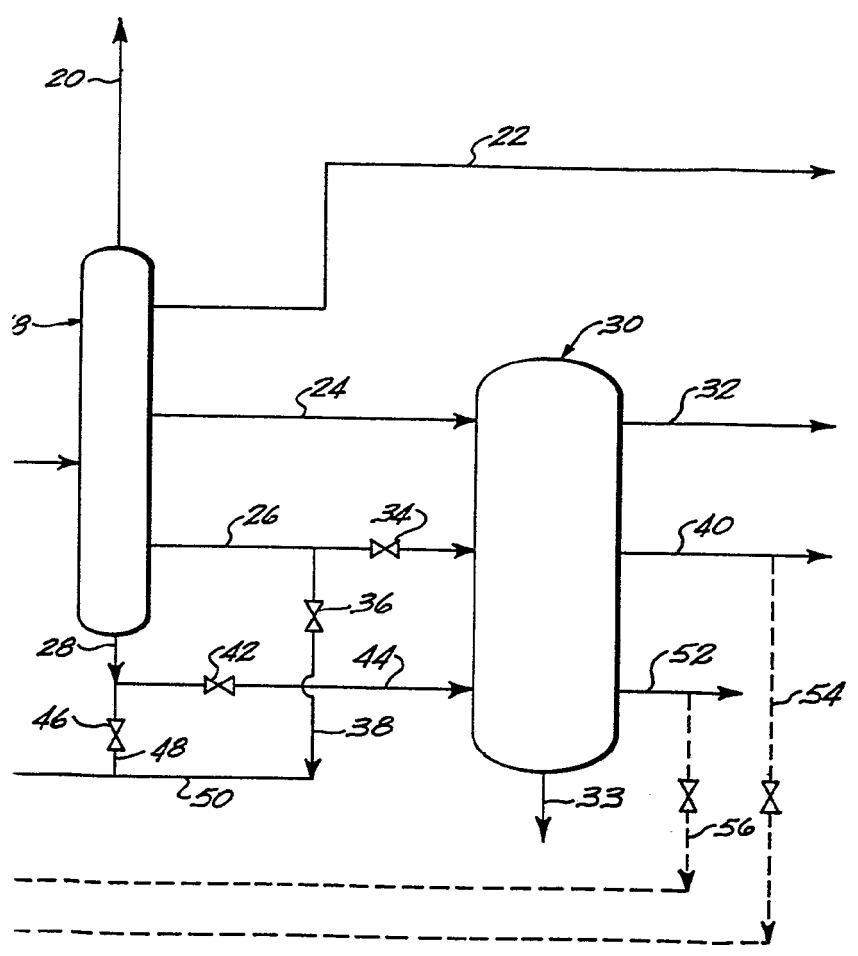


A. V. ...





837325



Handwritten signature or initials.