

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A1
	448532	
	(21) FECHA DE PRESENTACION	
	3-6-76	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
75/17.662	4-6-75	Francia
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B01D, C10A.	
(14) TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO DE REGENERACION DE UN ACEITE LUBRICANTE USADO.		
(71) SOLICITANTE (S)		
INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
4, Avenue de Bois-Préau, 92502 Rueil-Malmaison - Francia.		
(72) INVENTOR (ES)		
René AVRILLON y Daniel DEFIVES, ambos franceses.		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

OF.

1 La presente invención se refiere a la regeneración de
aceites lubricantes usados, en particular los procedentes de
vehículos de motor de combustión interna.

5 Tradicionalmente, la regeneración de aceites lubrican-
tes usados se realiza por tratamiento con ácido sulfúrico y
con tierra descolorante. El inconveniente de este tratamiento
es el de producir importantes cantidades de desechos de los
cuales es difícil deshacerse debido a su carácter extremada-
mente contaminante, bien sea para el suelo en caso de esparci-
10 miento, o bien para la atmósfera en caso de incineración. En
un número creciente de países, la legislación tiende a hacerse
cada vez más restrictiva con respecto a este tipo de operaciones.

 Es por lo que, desde hace algunos años, se están reali-
zando investigaciones con miras a poner a punto procedimientos
15 de regeneración menos contaminantes. Así, se está explotando
ahora industrialmente, un procedimiento en el cual el aceite
usado se somete a una purificación por medio de propano y/o
butano líquido. Igualmente, se han propuesto otras técnicas
como la ultrafiltración, extracción mediante un disolvente oxi-
20 genado, así como métodos de destilación mejorados.

 Estas diversas técnicas eliminan de los aceites usados
una parte de sus impurezas pero no permiten por si solas llegar
a las especificaciones de las nuevas bases lubricantes. Estas
técnicas dejan, por ejemplo, en los aceites, en pequeñas can-
25 tidades, hidrocarburos oxidados que les confieren un color os-
curo y acidez, eventualmente también derivados metálicos y
substancias policíclicas que proporcionan, con la combustión,
respectivamente cenizas y residuos carbonosos. En términos de
especificaciones normalizadas (AFNOR), estos aceites parcial-
30 mente depurados se caracterizan en conjunto por un color "Union"

1 muy superior a 8, un índice de ácido superior a 0,3, un re-
siduo de "Carbono Conradson" superior al 0,15 % y/o un con-
tenido en cenizas superior al 0,005 % mientras que, para -
5 las bases vírgenes refinadas mediante disolvente, los valores
correspondientes son en general inferiores a, respectivamente,
4, 0,1, 0,1 y 0,005. En el caso en que las concentraciones re-
siduales de metales sean ínfimas, el acabado de los aceites se
puede realizar mediante un tratamiento no contaminante cual
es la hidrogenación catalítica, bien entendido con la condición
10 de disponer de una fuente de hidrógeno. De hecho, incluso en
las factorías de regeneración de aceites que utilizan técnicas
recientes, se tiene tendencia a recurrir todavía a un trata-
miento complementario con ácido sulfúrico y con tierra porque
se trata de un método experimentado y relativamente económico.
15 Aunque se trate esta vez de un tratamiento ácido ligero y no
masivo como ocurre en la regeneración tradicional, la operación
sigue siendo una fuente de contaminación nada despreciable. Un
primer objeto de la presente invención es el de proporcionar
un procedimiento de purificación de aceites usados que permita
20 obtener:

aceites conformes a los requisitos de las bases lubri-
cantes, particularmente en lo que se refiere al color, al índi-
ce de ácido, al residuo Conradson y/o al contenido de cenizas.
Otro fin es el de proporcionar un procedimiento de purificación
25 no contaminante porque no utiliza ácido sulfúrico ni otra subs-
tancia generadora de desechos contaminantes. Otro objeto es el
de proporcionar un procedimiento de purificación que no necesi-
te hidrógeno y que pueda ser explotado tanto en unidades de
capacidad muy pequeña como en instalaciones de gran capacidad.

30 El procedimiento del invento se caracteriza por el hecho

1 de que el aceite usado que se trata de purificar se pone en contacto con una resina adsorbente, pudiendo dejarse a continuación las impurezas mediante un disolvente orgánico.

5 Los aceites lubricantes usados, particularmente los procedentes de los vehículos de motor de combustión interna, contienen, en suspensión y en solución, una gran variedad de impurezas. El tratamiento conforme al invento se aplica preferentemente a los aceites usados que solo contienen impurezas disueltas y es adecuado particularmente para la purificación
10 impulsada de aceites usados previamente purificados mediante propano y/o butano, o incluso mejor destilados o ultrafiltrados. Este tratamiento se basa en la propiedad que tienen las resinas empleadas en el presente procedimiento de adsorber el conjunto de impurezas más fuertemente que el aceite propiamente dicho, pudiendo las impurezas fijadas sin embargo desplazarse fácilmente mediante un disolvente orgánico así mismo adsorbible.
15

Las resinas adsorbentes utilizables, en forma pura o en mezcla, en el procedimiento de la invención son policondensados o copolímeros reticulados porosos que comprenden grupos
20 hidroxilo ligados directamente o por un grupo $-\text{CH}_2-$ ó $-\overset{|}{\text{C}}\text{H}-$ a un ciclo bencénico y/o grupos piridilo y cuyo volumen poroso útil, es decir, el de los poros con diámetro comprendido aproximadamente entre 6 y 300 angströms, es de por lo menos $0,1 \text{ cm}^3/\text{g}$,
25 por ejemplo comprendido entre $0,1$ y $0,8 \text{ cm}^3/\text{g}$. El volumen poroso se mide por ejemplo por adsorción de nitrógeno según el método llamado "B.E.T." o por adsorción de isopentano, o también de metilisobutilcetona, no penetrando estas dos últimas sustancias en los poros con un diámetro inferior a 6 angströms
30 aproximadamente; a título de medida complementaria, se puede

1 emplear la porosimetría al mercurio que solo se aplica a los
poros con un diámetro superior a los 38 angströms aproximada-
mente.

5 Unas resinas adsorbentes particularmente eficaces para
el tratamiento de los aceites usados son los policondensados
porosos de fenol y/o resorcinol y de formaldehído y/o 2-fural-
dehído como la resina fenolformaldehído comercializada por la
Sociedad Dia-Prosím bajo la denominación Duolite S 30, y los
10 policondensados porosos de cetonas alifáticas y de compuestos
bisarilaldehídicos que puede contener, entre los dos grupos
aldehído aromático terminales, uno o varios grupos fenol y/o
piridilo, siendo un ejemplo de este último tipo de resina ad-
sorbente la resina preparada por la Sociedad Rhône-Poulenc
bajo la referencia YD 74 y la cual se trata de un policonden-
sado de acetona y de bis-4,4'(paráformiléstiril)2,2'-bipiridilo.
15

Entre las resinas formofenólicas, se prefieren las que
comprenden sensiblemente tantos grupos fenol como grupos formol.

Otras resinas son los copolímeros reticulados porosos
de (a) por lo menos una vinilpiridina y (b) por lo menos un
20 monómero poliinsaturado tal como el divinilbenceno, con even-
tualmente otro monómero que tiene una insaturación etilénica.

La preparación de resinas adsorbentes utilizables en
el presente procedimiento se realiza en las condiciones cono-
cidas como conduciendo a la formación de polímeros de estruc-
25 tura microporosa. No obstante, en el caso de ciertas resinas,
por ejemplo las del tipo cetona-bisarilaldehído, la porosidad
no existe en principio hasta que la resina se impregna con un
líquido; si este se elimina, por ejemplo por evaporación a
vacio, la porosidad desaparece pero puede restablecerse más o
30 menos fácilmente por medio de ciertos disolventes de los cuales

1 uno de los más eficaces es el cloruro de metileno. En este
caso, los métodos de medición del volumen poroso mediante ad-
sorción de nitrógeno o penetración de mercurio no son aplica-
bles. Por el contrario se puede recurrir a la adsorción de
5 metilisobutilcetona.

Las resinas adsorbentes no son activas para la depura-
ción de los aceites más que cuando son prácticamente anhidras,
es decir que contienen menos del 3%, preferentemente menos
del 1% en peso de agua (dosificada por el método Karl Fischer).
10 Ahora bien, puede hacerse que el agua se encuentre presente,
bien en la resina nueva debido a su modo de fabricación, o bien
en la resina en servicio como consecuencia de un incidente.
Las resinas adsorbentes del procedimiento al ser solo estables,
por debajo de temperaturas del orden de los 80°C, es preferi-
15 ble, para deshidratarlas, no proceder térmicamente sino más
bien por aclarado con un alcohol o una cetona ligeros, por
ejemplo un alcohol con por lo menos 5 átomos de carbono o una
cetona con por lo menos 7 átomos de carbono. Más adelante se
verá que dichas sustancias pueden ser utilizadas para la reac-
20 tivación de la resina después de su uso. Por lo tanto, resulta
ventajoso servirse de la misma sustancia para la deshidrata-
ción y para la reactivación de la resina. También se pueden
deshidratar las resinas manteniéndolas bajo vacío o bajo at-
mósfera seca pero este método se desaconseja en el caso de re-
25 sinas del tipo cetona-bisaromaldehído.

En el presente procedimiento, las resinas adsorbentes
se utilizan en forma de partículas de cualquier configuración
pero con una granulometría preferentemente inferior a 3 mm y
ventajosamente comprendida entre 0,3 y 1,2 mm.

30 La puesta en contacto del aceite con la resina adsor-

1 bente puede efectuarse de cualquier forma, por ejemplo según
la técnica de lecho fijo o la de lecho fluidificado, prefirién-
dose no obstante la de lecho fijo. Al ser los aceites lubri-
cantes muy viscosos, existe un interés por diluirlos previamen-
5 te. Como diluyente se puede utilizar cualquier sustancia sen-
siblemente no polar ni polarizable, relativamente volatil con
relación al aceite para poder ser separada de él por destila-
ción y que se presenta, a la temperatura operatoria, como un
líquido de escasa viscosidad, preferentemente inferior a 0,5
10 centipoises. Los diluyentes más ventajosos son los hidrocar-
buros saturados alifáticos y alicíclicos cuya molécula tiene
de 3 a 7 átomos de carbono. El porcentaje de dilución, expre-
sado en partes por volumen de diluyente para una parte de acei-
te, se encuentra preferentemente comprendido entre 1 y 4, pero
15 pueden utilizarse porcentajes inferiores o superiores. De hecho,
bastante a menudo, no se tiene que efectuar esta dilución, al
haberse ya diluido el aceite durante unas operaciones de de-
puración previa, en un líquido adecuado también para el trata-
miento sobre resina.

20 Un requisito bastante estricto por el empleo de resi-
nas adsorbentes es la temperatura operatoria. En efecto, como
se ha dicho anteriormente, las resinas utilizadas en el presen-
te procedimiento solo son estables por debajo de un cierto lí-
mite de temperatura que se sitúa en los 80°C. Por lo tanto, es
25 preferible que la temperatura operatoria no sobrepase los 50°C
aproximadamente. No existe otro límite inferior de temperatura
que el impuesto por consideraciones de viscosidad del líquido
tratado.

30 En cuanto a la presión, ésta no tiene prácticamente
influencia sobre la acción de la resina. Normalmente, se opera

1 a la presión atmosférica, pero se puede operar sin inconveniente a presión más elevada si el mantenimiento del diluyente en estado líquido lo exige.

5 La cinética relativamente lenta de la adsorción de impurezas impone tiempos de contacto bastante largos. Ello se debe al hecho de que la mayoría de las impurezas, al estar constituidas por moléculas bastante luminosas, se difunden lentamente en la red porosa de las resinas. Una granulometría fina de la resina y una escasa viscosidad del medio líquido contribuyen a reducir el tiempo de contacto necesario para una depuración adecuada del aceite. En el caso en que se utilice la técnica de lecho fijo, el tiempo de contacto, definido como la duración de la permanencia del líquido en el lecho, es superior a un minuto y se sitúa por lo general entre un cuarto de hora y una hora para una granulometría de 0,1 a 2 mm y una viscosidad de 0,15 a 1,0 centipoises.

15 Facultativamente, se puede, con miras a facilitar la acción de la resina adsorbente, someter el aceite que se trata de depurar a un tratamiento previo por medio de un polímero poroso poco polar, preferentemente de poros anchos, capaz de fijar rápidamente las moléculas muy gruesas de impurezas y liberarlas fácilmente bajo la acción del disolvente utilizado para la renovación de la resina adsorbente. Como polímeros porosos poco polares, se pueden utilizar por ejemplo los polímeros acrílicos porosos comerciales, preferentemente del tipo macroporoso y en unas granulometrías comparables a la de la resina adsorbente utilizada.

25 La cantidad de aceite que puede depurar una cierta cantidad de resina adsorbente depende de las concentraciones de las distintas impurezas residuales en el aceite. Por otro lado,

30

1 todas las impurezas no se retienen con la misma eficacia por
una resina dada. Las condiciones operatorias y, en particular,
el modo de contacto tienen también una influencia sobre la ca-
2 pacidad de depuración de una resina. Un modo de contacto ventajoso
5 a este respecto es la percolación sobre lecho fijo. A título
indicativo, las resinas utilizadas en el presente procedimien-
to permiten, en forma de lecho fijo, depurar de 2 a 5 veces
su volumen de aceite.

 La reactivación de las resinas después de su uso, es
10 decir la no adsorción de las impurezas fijadas se realiza:
por lavado con un disolvente orgánico. Los disolventes utiliza-
bles para este lavado son, de un modo general, las sustancias
orgánicas medianamente polares o polarizables, líquidas a la
temperatura y presión operatorias, miscibles con el aceite,
15 cuanto menos con el aceite diluido, y separables del aceite y
también, preferentemente, del eventual diluyente, por destila-
ción. Las sustancias más ventajosas para la reactivación de
las resinas son los alcoholes alifáticos y alicíclicos que
tienen en su molécula de 1 a 6 átomos de carbono, las cetonas
20 alifáticas y alicíclicas que tienen de 3 a 7 átomos de carbono,
los hidrocarburos clorados, por ejemplo, los mono-, di-, tri-
y tetraclorometano, el 1,2-dicloroetano, el tricloroetileno,
el benceno, el tolueno, los xilenos, el etilbenceno y, salvo
en el caso de resinas con grupos piridilo, la piridina y sus
25 derivados metilados. En la práctica, los disolventes de lavado
pueden estar constituidos por las mencionadas sustancias puras
o mezcladas entre si.

 El volumen de disolvente necesario para la reactiva-
ción de las resinas es tanto más importante cuanto mayor es la
30 cantidad de impurezas que hay que liberar. No obstante, puede

1 minimizarse mediante una elección juiciosa de la técnica operatoria. El procedimiento más ventajoso bajo el punto de vista del consumo de disolvente es el de lecho fijo con un sentido de circulación del disolvente inverso al del del aceite, circualndo el líquido más denso en sentido ascendente. La circulación del disolvente se realiza a un caudal preferentemente comprendido entre 0,5 y 4 volúmenes por volumen de lecho y por hora. En estas condiciones, el volumen de disolvente necesario es por lo general de 0,1 a 2 veces, preferentemente de 0,3 a 5 0,8 veces el del aceite que se va a depurar. Otra ventaja del lecho fijo es que después del lavado con disolvente, el lecho se puede utilizar directamente de nuevo, es decir que no es necesario efectuar un lavado ni un aclarado con diluyente antes de percolar el aceite. En efecto, la suspensión de disolvente es rechazada por el aceite y se mezcla poco con éste, con la condición no obstante de que el líquido más denso se descargue o inyecte (según sea el disolvente o el aceite) por 10 la parte baja del lecho.

15 Los siguientes ejemplos, puramente ilustrativos, darán una idea más precisa de las posibilidades ofrecidas por la presente invención. El análisis de los metales ha sido realizado por absorción atómica, el análisis del fósforo por espectrometría de emisión y las demás determinaciones por los métodos normalizados franceses (NF Afnor): color unión (T 60-104), 20 índice de ácido (T 60-112), residuo Conradson (T 60-116), contenido en cenizas (M 07-037).

25 EJEMPLO 1: Acabado de aceite sobre resina fenol-formaldehido nueva.

30 Se llena una columna de percolación de vidrio de 20 mm de diámetro y 120 cm de altura con 0,377 litros de una resina

1 fenol-formaldehído con una granulometría comprendida entre 0,3
y 1,0 mm y un volumen poroso útil igual a 0,65 cm³ por gramo
(medido sobre una mezcla seca al vacío).

5 Para eliminar el agua (37 g) y eventuales impurezas de
la resina, se lava (a temperatura ambiente) con 900 cm³ de me-
tilisobutilcetona que se introducen en lo alto de la columna a
razón de 250 cm³ por hora. La humedad residual es del 0,8% en
peso. Luego, al encontrarse la columna llena de disolvente, se
10 introduce en la misma, en cabeza, aceite usado regenerado di-
luido en tres veces su volumen de hexano, procedente de una
instalación de ultrafiltración. El efluente que acompaña a la
inyección de aceite tiene un caudal de 600 cm³/hora. Los 170
primeros cm³ al ser solo disolvente, son tirados, después de
los cual se recogen cuatro fracciones sucesivas de 1000 cm³;
15 luego se aparta la columna llena de líquido. En un evaporador
de vacío progresivo y temperatura creciente se elimina el hexa-
no de las fracciones. Las muestras de aceite así obtenidas, que
totalizan juntas 826 g, se someten a una serie de análisis
cuyos resultados se agrupan en la tabla I, donde se dan igual-
20 mente las características del aceite de partida.

EJEMPLO 2: Acabado de aceite sobre resina fenol-formaldehído
reactivada con metilisobutilcetona.

La columna de resina que ha servido para el ejemplo 1
se reactiva (a temperatura ambiente) mediante 900 cm³ de metil-
25 isobutilcetona inyectada por la parte baja de la columna a razón
de 250 cm³ por hora. Por la parte alta de la columna, sale pri-
meramente la suspensión de aceite diluido (192 cm³) y luego,
bruscamente, un líquido negro que está constituido por metil-
isobutilcetona cargada con impurezas no adsorbidas. Este líqui-
do se dirige hacia un recipiente distinto al que ha recibido
30

1 la suspensión de aceite. Cuando se han introducido los 900 cm³
de metilisobutilcetona, la columna, mantenida llena de disol-
vente, se alimenta en cabeza en las mismas condiciones que en
el ejemplo 1 con aceite diluido a depurar. Los 170 primeros cm³
5 de efluente son recogidos y mezclados con el resto del disol-
vente cargado de impurezas. A continuación sale de la columna
el aceite diluido depurado que se ha recogido, como en el ejem-
plo 1, en cuatro fracciones de 1000 cm³ y luego se aísla la co-
luma. Las fracciones pasadas por el evaporador, proporcionan
10 cuatro muestras de aceite que totalizan 828 g. Los análisis de
estos últimos proporcionan unos resultados, presentados en la
tabla II, que son muy aproximados a los obtenidos en el ejemplo
1 como se puede apreciar comparándolos con la tabla I. En cuan-
to al disolvente cargado con impurezas, proporciona, una vez
15 pasado por el evaporador, un residuo negro viscoso que pesa
34 g, o sea el 4% de aceite aproximadamente.

EJEMPLO 3: Acabado de aceite sobre resina fenol-formaldehido
reactivada con cloruro de metileno (o diclorometano).

La columna de resina del ejemplo 2 se reactiva con clo-
20 ruro de metileno y se efectúa una nueva percolación de aceite.
Las condiciones operatorias de la renovación y de la percola-
ción son las mismas que en el ejemplo 2. Los resultados obte-
nidos son prácticamente idénticos.

EJEMPLO 4: Acabado de aceite sobre resina fenol-formaldehido
25 reactivada con la piridina.

La columna de resina del ejemplo 3 se reactiva con pi-
ridina y luego el aceite es percolado una vez más, siendo el
modo operatorio el mismo que en el ejemplo 2. Los resultados
son similares a los de este ejemplo.

30 EJEMPLO 5: Acabado de aceite sobre resina biperidilica nueva.

1 Se llena una columna, del mismo modelo que el de los
ejemplos anteriores, con 0,377 litros de resina Rhône-Poulenc
YD 74 saturada de agua (90 g), con una granulometria compren-
5 dida entre 0,4 y 1,2 mm y con un volumen poroso útil igual a
0,70 cm³ por gramo de resina deshidratada (medido por adsorción
de isopentano).

 Se elimina el agua de la resina como en el ejemplo 1,
empleando no obstante metiletilcetona (en lugar de metilisobu-
tilcetona). La humedad residual es del 0,5% en peso.

10 A continuación, se realiza una percolación de aceite
en las mismas condiciones que en el ejemplo 1. Los resultados
de los análisis de las cuatro muestras de aceite se dan en la
tabla III. Estos resultados son muy aproximados a los del ejem-
plo 1 como se puede apreciar comparándolos con la tabla I.

15 EJEMPLO 6: Acabado de aceite sobre resina biperidilica reactiva
 con metiletilcetona.

 La columna de resina del ejemplo 5 se reactiva con me-
tiletilcetona y el aceite es percolado de nuevo. El modo opera-
torio es el del ejemplo 2.

20 Los resultados de los análisis de las muestras de acei-
te son comparables de hecho a los del ejemplo 5. En cuanto al
peso del residuo obtenido, es de 35 g.

EJEMPLO 7: Acabado de aceite sobre resina biperidilica reactiva
 con cloruro de metileno (o diclorometano).

25 La columna de resina del ejemplo 6 se reactiva con
cloruro de metileno y se realiza una vez más una percolación
del aceite, siendo siempre las condiciones operatorias las
mismas que en el ejemplo 2. Los resultados son idénticos a
los obtenidos en el ejemplo 6 .

30 EJEMPLO 8: Purificación de aceite rico en compuestos metálicos

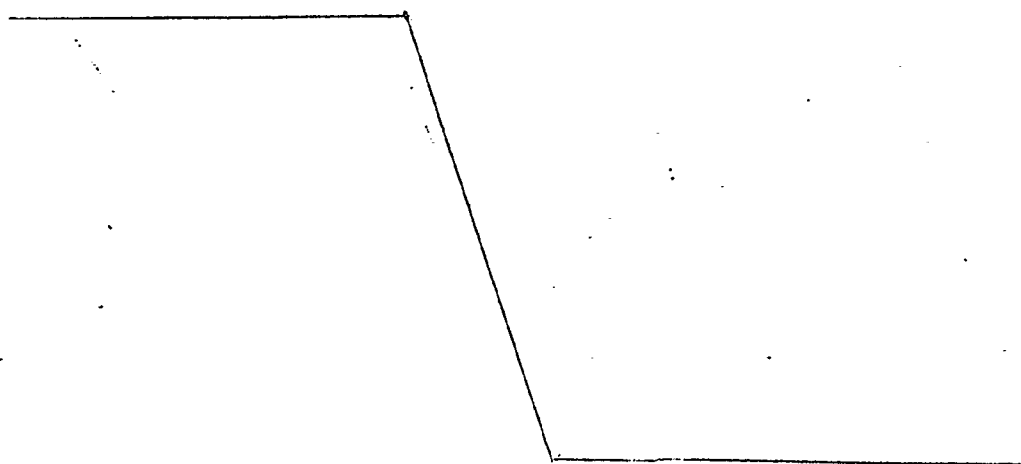
1 sobre resina fenolformaldehido protegida mediante polímero poroso acrílico, después del lavado con metilisobutilcetona.

5 La columna de resina del ejemplo 4 se coloca en serie con una segunda columna situada por encima. Esta tiene un diámetro de 20 mm y una altura de 50 cm. La columna se llena con 0,157 litros de poliéster acrílico macroporoso en esferillas con una granulometria comprendida entre 0,2 y 0,6 mm cuya porosidad al mercurio es de $0,8 \text{ cm}^3$ por gramo (Amberlite^(R)XAD 8 de la Compañía Rohm & Haas).

10 Para eliminar la humedad de la columna superior y reactivar la columna inferior, se hace circular, de abajo a arriba, a través de estas dos columnas, 900 cm^3 de metilisobutilcetona inyectados a un caudal de 250 cm^3 por hora. Luego, se introduce en cabeza de la columna superior aceite usado brevemente depurado (aún rico en derivados metálicos y fosforados), diluido en tres veces su volumen de hexano, procedente de una instalación de ultrafiltración. La percolación se realiza como en el ejemplo 2. Los resultados obtenidos se encuentran en la tabla IV. Se puede apreciar que la eliminación de los metales ha sido lo suficiente para que el contenido en cenizas sea despreciable.

25

30



T A B L A I

	Peso (g)	Masa es- pecífica (g/cm ³)	Color Unión	Indice de áci- do.	Residuo Conradson	Contenido en cenizas (%) en peso.	Contenido en plomo. (ppm)	Contenido en zinc. (ppm)	Contenido en calcio y bario. (ppm)	Contenido en hierro (ppm)	Contenido en fósforo. (ppm)
Aceite de partida	0,876		> 8	0,34	0,16	0,006	3,0	1,7	6,0	1,7	80
1ª muestra	176,5	0,873	2,5	0,04	0,06	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	<20
2ª muestra	216,0	0,875	3	0,04	0,07	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
3ª muestra	216,5	0,876	4	0,05	0,08	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
4ª muestra	217,0	0,878	5	0,07	0,09	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
Mezcla de las 4 muestras	826,0	0,876	3,5	0,05	0,08	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20

T A B L A II

Aceite de partida	0,876		> 8	0,34	0,16	0,006	3,0	1,7	6,0	1,7	80
1ª muestra	178,0	0,874	2,5	0,04	0,06	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	<20
2ª muestra	217,0	0,875	3	0,04	0,08	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
3ª muestra	216,0	0,876	4	0,05	0,08	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
4ª muestra	217,0	0,878	5	0,07	0,09	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
Mezcla de las 4 muestras	828,0	0,876	3,5	0,05	0,08	<0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20

T A B L A I

	Peso (g)	Masa es- pecífica (g/cm ³)	Color Unión	Indice de áci- do.	Residuo Conradson	Contenid en cen- zas (%) en peso.
Aceite de partida		0,876	>8	0,34	0,16	0,006
1 ^a muestra	176,5	0,873	2,5	0,04	0,06	<0,002
2 ^a muestra	216,0	0,875	3	0,04	0,07	<0,002
3 ^a muestra	216,5	0,876	4	0,05	0,08	<0,002
4 ^a muestra	217,0	0,878	5	0,07	0,09	<0,002
Mezcla de las 4 muestras	826,0	0,876	3,5	0,05	0,08	<0,002

T A B L A II

Aceite de partida		0,876	>8	0,34	0,16	0,006
1 ^a muestra	178,0	0,874	2,5	0,04	0,06	<0,002
2 ^a muestra	217,0	0,875	3	0,04	0,08	<0,002
3 ^a muestra	216,0	0,876	4	0,05	0,08	<0,002
4 ^a muestra	217,0	0,878	5	0,07	0,09	<0,002
Mezcla de las 4 muestras	828,0	0,876	3,5	0,05	0,08	<0,002

Contenido en cenizas (%) a peso.	Contenido en plomo. (ppm)	Contenido en zinc. (ppm)	Contenido en calcio y bario. (ppm)	Contenido en hierro (ppm)	Contenido en fósforo. (ppm)
0,006	3,0	1,7	6,0	1,7	80
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	<20
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
0,006	3,0	1,7	6,0	1,7	80
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	<20
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20
0,002	<0,5	<0,05	0,5	<0,1	20

T A B L A III

	Peso (g)	Masa es pecífica (g/cm ³)	Color Unión.	Indice de áci do	Residuo Conradson. en cenizas (%) en peso.	Contenido en plomo. (ppm)	Contenido en zinc. (ppm)	Contenido en calcio y bario. (ppm)	Contenido en hierro. (ppm)	Contenido en fósforo. (ppm)
Aceite de partida	0,876	> 8	0,34	0,16	0,006	3,0	1,7	6,0	1,7	80
1 ^a muestra	176,0	0,870	2	0,03	< 0,002	< 0,5	< 0,05	0,8	< 0,1	< 20
2 ^a muestra	215,5	0,875	3	0,04	< 0,002	< 0,5	< 0,05	0,8	< 0,1	20
3 ^a muestra	216,5	0,878	4	0,05	< 0,002	< 0,5	< 0,05	0,8	< 0,1	30
4 ^a muestra	217,0	0,879	5	0,07	< 0,002	< 0,5	< 0,05	0,8	< 0,1	40
Mezcla de las 4 muestras	825,0	0,876	3,5	0,05	< 0,002	< 0,5	< 0,05	0,8	< 0,1	25

T A B L A IV

	Peso (g)	Masa es pecífica (g/cm ³)	Color Unión.	Indice de áci do	Residuo Conradson. en cenizas (%) en peso.	Contenido en plomo. (ppm)	Contenido en zinc. (ppm)	Contenido en calcio y bario. (ppm)	Contenido en hierro. (ppm)	Contenido en fósforo. (ppm)
Aceite de partida	0,892	> 8	0,25	0,28	0,14	650	90	70	2	520
1 ^a muestra	176,0	0,889	1,5	0,03	< 0,002	4	0,1	0,3	< 0,1	30
2 ^a muestra	216,0	0,890	2	0,04	< 0,005	9	0,2	0,8	< 0,1	70
3 ^a muestra	217,0	0,891	3,5	0,05	< 0,005	9	0,3	1,5	< 0,1	80
4 ^a muestra	217,0	0,893	4	0,07	< 0,005	12	0,5	2,4	< 0,1	90
Mezcla de las 4 muestras	826,0	0,891	3	0,05	< 0,005	9	0,3	1,2	< 0,1	70

T A B L A III

	Peso (g)	Masa es- pecífica (g/cm ³)	Color Unión	Indice de áci- do	Residuo Conradson	Contenido en cenizas (%) en peso.
Aceite de partida		0,876	> 8	0,34	0,16	0,006
1 ^a muestra	176,0	0,870	2	0,03	0,04	< 0,002
2 ^a muestra	215,5	0,875	3	0,04	0,06	< 0,002
3 ^a muestra	216,5	0,878	4	0,05	0,08	< 0,002
4 ^a muestra	217,0	0,879	5	0,07	0,09	< 0,002
Mezcla de las 4 muestras	825,0	0,876	3,5	0,05	0,07	< 0,002

T A B L A IV

Aceite de partida		0,892	> 8	0,25	0,28	0,14
1 ^a muestra	176,0	0,889	1,5	0,03	0,07	< 0,002
2 ^a muestra	216,0	0,890	2	0,04	0,08	< 0,005
3 ^a muestra	217,0	0,891	3,5	0,05	0,08	< 0,005
4 ^a muestra	217,0	0,893	4	0,07	0,09	< 0,005
Mezcla de las 4 muestras	826,0	0,891	3	0,05	0,08	< 0,005

Contenido de cenizas (%) por peso.	Contenido en plomo. (ppm)	Contenido en zinc. (ppm)	Contenido en calcio y bario. (ppm)	Contenido en hierro. (ppm)	Contenido en fósforo. (ppm)
0,006	3,0	1,7	6,0	1,7	80
0,002	<0,5	<0,05	0,8	<0,1	< 20
0,002	<0,5	<0,05	0,8	<0,1	20
0,002	<0,5	<0,05	0,8	<0,1	30
0,002	<0,5	<0,05	0,8	<0,1	40
0,002	<0,5	<0,05	0,8	<0,1	25
0,14	650	90	70	2	520
0,002	4	0,1	0,3	<0,1	30
0,005	9	0,2	0,8	<0,1	70
0,005	9	0,3	1,5	<0,1	80
0,005	12	0,5	2,4	<0,1	90
0,005	9	0,3	1,2	<0,1	70

1 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento de regeneración de un aceite lubrican-
te usado, caracterizado porque el aceite se pone en contacto con
partículas de una resina adsorbente sólida, que comprende por
lo menos $0,1 \text{ cm}^3/\text{g}$ de poros con un diámetro comprendido aproxi-
madamente entre 6 y 300 angströms.

10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual
la resina es un policondensado o un copolímero reticulado poroso
que comprende grupos piridilo y/o hidroxilo ligados directamente
o por un grupo $-\text{CH}_2-$ ó $-\overset{1}{\text{C}}\text{H}-$ a un ciclo bencénico.

15 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y
2, en el cual la resina comprende de $0,1$ a $0,8 \text{ cm}^3/\text{g}$ de poros
con un diámetro comprendido entre 6 y 300 Å y su contenido en
agua es inferior al 1% en peso.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a
3, en el cual la resina es un policondensado de fenol y formal-
dehído.

20 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a
4, en el cual la resina se utiliza en forma de partículas en
lecho fijo.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el cual
el tiempo de contacto es de 15 minutos a una hora.

25 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a
6, en el cual el aceite lubricante se trata en forma de solución
en un diluyente, a una temperatura inferior a 50°C .

30 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a
7, en el cual la puesta en contacto con una resina adsorbente
sólida es precedida de un tratamiento del aceite por medio de

1 un polímero macroporoso.

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, en el cual la puesta en contacto es seguida de un tratamiento de reactivación de la resina que consiste en poner esta última
5 en contacto con un disolvente orgánico.

10. Procedimiento según la reivindicación 9, en el cual el disolvente orgánico es un alcohol, una cetona o un hidrocarburo clorado.

11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, en el cual el aceite lubricante sometido al tratamiento de regeneración es un aceite lubricante previamente tratado por
10 ultrafiltración.

12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, en el cual el aceite lubricante sometido al tratamiento de regeneración es un aceite lubricante previamente tratado por
15 extracción con propano y/o butano líquido.

13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, en el cual el aceite lubricante sometido a la regeneración es un destilado de aceite lubricante usado.

20 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, en el cual el aceite lubricante sometido al tratamiento de acabado tiene por lo menos una de las características siguientes:

- a) Color "Unión" superior a 8.
- 25 b) Índice de ácido superior a 0,3.
- c) Residuo de "Carbono Conradson" superior a 0,15% y/o
- d) Contenido de cenizas superior a 0,005%.

30 15. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PROCEDIMIENTO DE REGENERACION DE UN ACEITE LUBRICANTE USADO".

1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva, que consta de diecinueve pá-
ginas mecanografiadas.

5 Madrid, 3 de Junio de 1.976

BERNARDO UNGRIA

P.P.



10

15

20

25

30