

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 987 414**

51 Int. Cl.:

C10M 175/00 (2006.01)

C10G 25/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.04.2017 PCT/EP2017/058949**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.10.2017 WO17178593**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.04.2017 E 17717181 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.07.2024 EP 3443055**

54 Título: **Eliminación de compuestos aromáticos de un fluido de hidrocarburos**

30 Prioridad:

13.04.2016 GB 201606317

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

14.11.2024

73 Titular/es:

**CASTROL LIMITED (100.0%)
Technology Centre, Whitechurch Hill, Pangbourne
Reading RG8 7QR, GB**

72 Inventor/es:

**CORMACK, PETER;
MCCABE, TIMOTHY;
MOSS, JAMES EDWARD;
PEARSON, RICHARD;
REDSHAW, JOHN MICHAEL y
WEST, KEVIN RICHARD**

74 Agente/Representante:

PONTI & PARTNERS, S.L.P.

ES 2 987 414 T3

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

DESCRIPCIÓN

Eliminación de compuestos aromáticos de un fluido de hidrocarburos

5 **Campo de la invención**

[0001] La presente invención se refiere a procedimientos, usos y kits para la eliminación de compuestos aromáticos de un fluido de hidrocarburos. En particular, la presente invención se refiere a procedimientos, usos y kits para la eliminación de hidrocarburos aromáticos policíclicos, tales como hidrocarburos aromáticos polinucleares, de un fluido de hidrocarburos. Los procedimientos, usos y kits se pueden utilizar para prevenir la acumulación de hollín y lodos en el sistema lubricante de un motor de combustión interna.

Antecedentes de la invención

15 [0002] Los aceites lubricantes de motor realizan muchas funciones. Algunas de las funciones principales incluyen protección contra el desgaste, enfriamiento del motor y dispersión de contaminantes. Sin embargo, la acumulación de los hollín y lodos en el aceite puede obstaculizar a que el aceite realice estas tareas principales.

20 [0003] Se cree de manera general que el hollín es una aglomeración de estructuras carbónicas en aceites lubricantes de motor, que pueden ser de naturaleza grafitica. Se cree que estas estructuras carbonáceas son hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAPs) es decir, moléculas que contienen como mínimo 2 anillos aromáticos que pueden o no estar fusionados para formar un sistema aromático más grande. La molécula puede contener también grupos funcionales adicionales, tales como alcoholes, cetonas y ácidos carboxílicos, así como diferentes grupos funcionales que contienen nitrógeno, tales como grupos nitro.

25 [0004] Los HAP pueden formarse durante los procesos de combustión en motores de combustión interna en regiones de combustión que son localmente ricas en combustible. Los HAP pueden transferirse al lubricante a través de su incorporación en el gas de escape que pasa por la región del anillo del pistón y la camisa del motor.

30 [0005] Se cree que el hollín se desarrolla en etapas, comenzando con la nucleación de los HAP y dando lugar a partículas que tienen un tamaño de entre 20 y 100 nm. Estas partículas contendrán típicamente aproximadamente 1 millón de átomos de carbono y tienen una relación C:H de aproximadamente 8:2 a aproximadamente 9:1. Estas partículas de hollín pueden crecer a partir de la adición de más muestras aromáticas a una partícula, lo que se define como crecimiento superficial, o combinarse con otras partículas a través de mecanismos de aglomeración. Mediante una mayor aglomeración, se pueden formar redes de partículas de hollín que pueden inmovilizar secciones de aceite de hasta 25 µm de ancho.

40 [0006] La presencia de hollín en los lubricantes presenta varios desafíos. En primer lugar, las partículas de hollín pueden ser abrasivas, por lo que el hollín no dispersado puede provocar grandes cantidades de desgaste abrasivo en el interior de un motor, lo que reduce considerablemente su vida útil. En segundo lugar, el hollín puede espesar el lubricante. Esto puede provocar varios problemas, tales como la falta de aceite a través del bloqueo de los filtros de aceite del motor (que están diseñados para eliminar partículas de desgaste metálicas) o la reducción de la refrigeración del motor a través de un flujo de aceite reducido. El espesamiento del aceite inducido por el hollín también puede provocar un mayor consumo de combustible en un motor.

45 [0007] El lodo se define como una fase viscosa y gelatinosa en un aceite lubricante de motor, que se cree ampliamente que es una emulsión de agua en aceite que contiene combustible parcialmente quemado oxidado y nitrado, junto con productos de degradación del lubricante y aditivos de lubricantes polares. Varios estudios han demostrado la prevalencia de agua en el lodo del motor, así como la prevalencia de especies nitradas. Se cree que los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP) están implicados en el mecanismo de formación de lodos.

50 [0008] El desarrollo de lodos en el motor puede ser perjudicial para el motor por varias razones. En primer lugar, los aditivos pueden quedar secuestrados en la fase acuosa, agotando así los aditivos del aceite y provocando problemas debido a la reducción de la concentración de aditivos y del intervalo de drenaje de aceite. Este problema puede adoptar varias formas, incluido un mayor desgaste, una mayor acumulación de ácido y una mayor oxidación del aceite. En segundo lugar, los lodos pueden provocar el espesamiento del aceite, lo que aumenta considerablemente el consumo de combustible del vehículo. En tercer lugar, los lodos pueden desarrollarse hasta tal punto que bloqueen los filtros de aceite, lo que provoca una falta de aceite en todo el motor, lo que hace necesario un mantenimiento inmediato del motor. Además, la prevalencia de agua en los lodos puede provocar una mayor corrosión del metal en todo el motor, lo que reduce la vida útil del vehículo.

60 [0009] Para reducir el impacto negativo tanto del hollín como del lodo, se añaden dispersantes a los aceites lubricantes de motor. Los dispersantes se basan generalmente en poliaminas de poliisobuteno o poliaminas de anhídrido succínico de poliisobuteno. Sin embargo, el uso de dispersantes en un lubricante de motor puede tener consecuencias no deseadas. Por ejemplo, los dispersantes pueden interactuar negativamente con los materiales elastoméricos que se encuentran en los motores de los automóviles. Además, los dispersantes pueden aumentar en gran medida la

viscosidad del lubricante de motor, en particular la viscosidad a baja temperatura. Esto puede afectar a la eficiencia de combustible del motor.

5 [0010] Los dispersantes no eliminan las partículas de hollín o lodos de los lubricantes. En cambio, mitigan muchos de los problemas asociados tanto con el hollín como con los lodos al estabilizar el hollín como partículas más pequeñas y dispersables con una tendencia reducida a aglomerarse. Sin embargo, los dispersantes solo pueden tratar un nivel finito de hollín o lodos antes de que se vean superados, lo que permite que se produzca la aglomeración de hollín y la formación de lodos a gran escala con los consiguientes impactos negativos. Además, la cantidad de dispersante que se puede añadir a un lubricante es limitada debido a los efectos no deseados que se mencionaron anteriormente de incompatibilidad de elastómeros y espesamiento del lubricante.

[0011] Por lo tanto, existe una necesidad de procedimientos para controlar los niveles de hollín y lodo en un aceite lubricante que no dependa de un medio de filtro físicamente activo o de la adición de dispersantes adicionales.

15 [0012] El documento US 4.977.871 describe un procedimiento para eliminar los aromáticos polinucleares de los aceites lubricantes usados. El procedimiento implica el uso de un absorbente, preferiblemente carbón activado, para eliminar los aromáticos polinucleares.

20 [0013] El documento US 5.225.081 también se describe un procedimiento para eliminar aromáticos polinucleares de aceites lubricantes usados. El procedimiento implica el uso de un sistema de filtros que comprende un aglutinante termoplástico, tal como nailon y un medio filtrante químicamente activo, un medio filtrante físicamente activo o una mezcla de los mismos. El medio filtrante físicamente activo, como en el caso de US 4.977.871, es preferiblemente carbón activado y se describe como adecuado para eliminar aromáticos polinucleares. Los medios filtrantes químicamente activos pueden comprender bases fuertes, tales como óxido de magnesio, hidróxido de sodio, óxido de zinc o mezclas de los mismos y se describen como adecuados para eliminar hollín.

[0014] Se describe un uso adicional de carbón activado para eliminar aromáticos polinucleares de aceites lubricantes usados en el documento US 5.042.617.

30 [0015] El documento WO 2008/143905 describe el uso de un medio sólido, tal como una resina de poliestireno reticulado, para absorber productos de degradación de un lubricante.

[0016] El documento EP 0.187.036 describe un procedimiento para disminuir la tendencia a la formación de espuma de un material de base de lubricante haciendo pasar el material de base a través de una zona de adsorción.

35 [0017] El documento US 5.478.463 describe un procedimiento para reducir la presencia de lodos en un aceite lubricante poniendo en contacto el aceite con partículas sólidas discretas.

40 [0018] El documento WO 2011/032163 describe el uso de un cartucho desechable que contiene un material absorbente para eliminar contaminantes de los fluidos lubricantes.

Características de la invención

45 [0019] Ahora se ha apreciado que se pueden utilizar polímeros de fase sólida particulares para secuestrar compuestos aromáticos, tales como hidrocarburos aromáticos policíclicos, de un lubricante y otros fluidos de hidrocarburos.

50 [0020] Por consiguiente, la presente invención da a conocer un procedimiento para eliminar compuestos aromáticos de un lubricante que comprende más del 50 % a aproximadamente el 99,5 % en peso de aceite de base, comprendiendo el procedimiento poner en contacto el lubricante con un material polimérico en fase sólida, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero hiperreticulado que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm, comprendiendo el polímero hiperreticulado grupos aromáticos, en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un monómero que comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación.

55 [0021] También se da a conocer un procedimiento para prevenir la acumulación de hollín o lodo en un sistema que comprende un lubricante que comprende más del 50 % a aproximadamente el 99,5 % en peso de aceite de base, comprendiendo dicho procedimiento poner en contacto un material polimérico en fase sólida con el lubricante, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero hiperreticulado que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm, conteniendo el polímero hiperreticulado grupos aromáticos, y hacer funcionar el sistema, en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un monómero que comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación.

65 [0022] También se da a conocer un kit que comprende una composición lubricante para un motor de combustión interna y un material polimérico en fase sólida, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero hiperreticulado que contiene grupos aromáticos y que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm, en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un monómero que

comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación, y en el que el lubricante comprende más del 50 % a aproximadamente el 99,5 % en peso de aceite de base.

[0023] También se dan a conocer los usos de un material polimérico en fase sólida, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero hiperreticulado que contiene grupos aromáticos y que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm, para eliminar compuestos aromáticos de una composición lubricante para un motor de combustión interna y para prevenir la acumulación de hollín o lodo en un sistema que comprende un lubricante para un motor de combustión interna, en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un monómero que comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación.

[0024] También se describe en este documento una microesfera de polímero que comprende un material polimérico en fase sólida, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero reticulado, comprendiendo el polímero reticulado grupos aromáticos, en la que, al entrar en contacto con un lubricante, la microesfera de polímero elimina compuestos aromáticos del lubricante.

[0025] La presente invención se describirá ahora únicamente a modo de ejemplo ilustrativo, y con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

La Figura 1 es un gráfico que muestra el porcentaje de hollín obtenido por TGA (análisis termogravimétrico) en función del tiempo para varias composiciones de lubricante de referencia y composiciones de lubricante que emplean microesferas de polímero;

La Figura 2a es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM, *Transmission electron microscope*) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición A antes de la exposición al hollín en un sistema lubricante;

La Figura 2b es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición A después de la exposición al hollín en un sistema lubricante;

La Figura 3a es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición B antes de la exposición al hollín en un sistema lubricante;

La Figura 3b es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición B después de la exposición al hollín en un sistema lubricante;

La Figura 4 es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra capas de carbono en la superficie de una microesfera de polímero de composición B después de la exposición al hollín en un sistema lubricante;

La Figura 5 es una micrografía de microscopio electrónico de barrido (SEM, *Scanning electron microscope*) que muestra la superficie y una región destacada en la superficie de una microesfera de polímero de composición A antes de la exposición al hollín en un sistema lubricante;

La Figura 6 es una micrografía de microscopio electrónico de barrido (SEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición B después de la exposición al hollín en un sistema lubricante; y

La Figura 7 es una micrografía de microscopio electrónico de barrido (SEM) del área destacada en la Figura 5 que muestra una parte ampliada de la superficie del polímero.

Descripción detallada de la invención

Polímero

[0026] Se ha entendido que los compuestos aromáticos pueden eliminarse de un fluido de hidrocarburos utilizando un material polimérico en fase sólida que comprende un polímero reticulado que contiene grupos aromáticos. Por lo tanto, el material polimérico puede utilizarse para adsorber compuestos aromáticos desde la fase líquida (por ejemplo, de un fluido de hidrocarburos, tal como un lubricante) hasta la fase sólida (el material polimérico).

[0027] El material polimérico en fase sólida se presenta preferentemente en forma de microesferas de polímero. Las microesferas de polímero tendrán generalmente forma esférica, aunque pueden estar presentes diversas formas, tales como ovoides. El material polimérico también se puede utilizar en otras formas, incluidas láminas. Puesto que la forma de la microesfera de polímero puede variar con respecto a una esfera ideal, cada microesfera tiene un diámetro promedio, es decir, un valor que corresponde al promedio del diámetro tomado en el punto más ancho de la microesfera. Para una esfera ideal, este diámetro será el mismo independientemente de dónde se mida. Para una esfera no ideal, se puede utilizar el diámetro máximo como diámetro promedio.

[0028] Las microesferas de polímero pueden tener una media de diámetro promedio de al menos 0,1 μm pero menos de 1.500 μm , de 10 μm a 1.000 μm o de 100 μm a 500 μm .

[0029] La media del diámetro promedio de las microesferas de polímero se puede determinar utilizando un microscopio electrónico de barrido. Por ejemplo, la media del diámetro promedio se puede determinar recubriendo las microesferas de polímero con oro mediante pulverización catódica, generando una imagen de las partículas utilizando un microscopio electrónico de barrido, por ejemplo, utilizando un Stereoscan 90 de Cambridge Instruments, y analizando la imagen para determinar la media del diámetro promedio utilizando un software de análisis de imágenes, por

ejemplo, ImageJ.

[0030] Un polímero reticulado es un polímero en el que las cadenas se unen entre sí para formar una red tridimensional. Como resultado de estar reticulado, el material polimérico generalmente exhibirá un grado de porosidad, en su estado seco y/o cuando se utiliza en un fluido de hidrocarburos en el que la red polimérica tridimensional puede hincharse. En realizaciones preferidas, el polímero es poroso en su estado seco.

[0031] Se cree que tamaños de poro más grandes son los preferidos para eliminar compuestos aromáticos en forma de partículas más grandes, tales como el hollín, mientras que se cree que tamaños de poro más pequeños son los preferidos para eliminar compuestos aromáticos moleculares.

[0032] El polímero reticulado puede tener un área superficial específica de 50 a 3000 m²/g, de 200 a 1500 m²/g, o de 400 a 1500 m²/g.

[0033] El área superficial específica del polímero reticulado se puede medir utilizando técnicas de absorción de gases, por ejemplo, de acuerdo con la norma ISO 9277: 2010. Preferiblemente, el procedimiento se lleva a cabo utilizando la técnica de vacío para desgasificación (véase la sección 6.1); determinación directa de la presión de vapor de saturación, p_0 , utilizando un termómetro de presión de vapor de nitrógeno (véase la sección 6.2); y el procedimiento volumétrico estático para evaluar la cantidad de gas que se adsorbe (véase la sección 6.3, en particular 6.3.1).

[0034] El polímero reticulado que se utiliza en la presente invención tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm, por ejemplo de 1 a 50 nm, o de 2 a 20 nm.

[0035] El tamaño medio de poro del polímero reticulado se puede medir utilizando técnicas de adsorción de gas y porosimetría de mercurio, por ejemplo, de acuerdo con la norma ISO 15901 - 2:2006 (para mesoporos y macroporos). Preferiblemente, el procedimiento se lleva a cabo utilizando el procedimiento estático por etapas para obtener datos de tamaño de poro (véase la sección 5.2); la técnica de vacío para desgasificación (véase la sección 8); el procedimiento volumétrico estático, dentro del cual se mide el espacio libre con helio antes de que la muestra se sumerja en nitrógeno líquido (véanse las secciones 9.3.5, en particular 9.3.5.1; y 9.4.2, en particular 9.4.2.1); al menos 20 puntos para las partes de adsorción y desorción de la curva, y preferiblemente 32 puntos para la parte de adsorción y 23 puntos para la parte de desorción (véase la sección 9.3.8); isothermas de referencia según el procedimiento t-plot para calcular la distribución del tamaño de poro (véase la sección 14.1); datos de la rama de adsorción para calcular el volumen de poro y la distribución del tamaño de poro (véase la sección 14.3, en particular 14.3.1); y el procedimiento BJH para calcular la distribución del tamaño de poro (véase la sección 14.3.2). Otras técnicas para medir el tamaño medio de poro del polímero reticulado incluyen la norma ISO 15901 - 3:2006 (para microporos).

[0036] En general, se entiende en la técnica que los microporos tienen un tamaño de menos de 2 nm de diámetro, los mesoporos tienen un tamaño de entre 2 y 50 nm y los macroporos tienen un tamaño de más de 50 nm (véase, por ejemplo, el IUPAC Gold Book, versión 2.3.3). Por lo tanto, los polímeros reticulados utilizados pueden tener tamaños de poro de mesoporo.

[0037] El polímero reticulado puede tener un volumen de poro de 0,01 a 5 cm³/g, de 0,05 a 1 cm³/g, de 0,1 a 0,5 cm³/g.

[0038] El volumen de poro del polímero reticulado se puede medir utilizando porosimetría de mercurio y técnicas de adsorción de gas, por ejemplo, de acuerdo con la norma ISO 15901 - 2:2006 (para mesoporos y macroporos, preferiblemente realizado tal como se describe anteriormente) o ISO 15901 - 3:2006 (para microporos).

[0039] El material polimérico que se utiliza en la presente invención comprende un polímero hiperreticulado. Los polímeros hiperreticulados se pueden obtener introduciendo reticulaciones en un polímero que se encuentra en un estado hinchado. La hiperreticulación produce polímeros con una alta densidad de poros y, por lo tanto, una alta área superficial específica. Por ejemplo, mientras que un polímero reticulado preparado utilizando técnicas estándar, tales como mediante polimerización en suspensión, puede tener un área superficial específica de hasta aproximadamente 1000 m²/g, un polímero hiperreticulado puede tener un área superficial específica mucho mayor, por ejemplo de hasta 3000 m²/g, o incluso mayor.

[0040] El material polimérico que se utiliza en la presente invención se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un monómero que comprende un grupo aromático y un agente de reticulación.

Monómero aromático

[0041] Sin querer limitarnos a la teoría, se cree que el grupo aromático ayuda a atraer y unir compuestos aromáticos al material polimérico.

[0042] Según la presente invención, el monómero que comprende un grupo aromático es un monómero que comprende un grupo aromático de vinilo.

5 [0043] En algunas realizaciones, el monómero que comprende un grupo aromático se selecciona entre un vinil benceno, vinil piridina, vinil pirazina, vinil imidazol, vinil pirazol, vinil oxazol, vinil tiofeno, vinil naftaleno, vinil antraceno, vinil fenantreno, vinil tetrazol y vinil-nitruro de boro. Preferentemente, el monómero que comprende un grupo aromático se selecciona de entre divinilbenceno, vinil piridina y cloruro de vinil bencilo. Por ejemplo, el monómero se puede seleccionar entre 1,3- o 1,4-divinilbenceno (preferentemente 1,4-divinilbenceno), 4-vinil piridina y cloruro de 4-vinil bencilo. El cloruro de vinil bencilo es particularmente adecuado para su uso en polímeros hiperreticulados.

10 [0044] Se entenderá que se pueden utilizar combinaciones de monómeros aromáticos para preparar el polímero reticulado.

[0045] El monómero que comprende un grupo aromático puede tener una masa molar de menos de 400 g/mol, menos de 300 g/mol o menos de 200 g/mol. Generalmente, el monómero tendrá una masa molar de más de 100 g/mol.

15 *Agente de reticulación*

[0046] Se cree que el agente de reticulación es responsable de la formación de poros en el material polimérico.

20 [0047] Los agentes de reticulación adecuados son moléculas que comprenden al menos dos grupos funcionales que pueden formar enlaces entre dos cadenas de polímero, por ejemplo, dos grupos de vinilo no aromáticos. Se puede utilizar una amplia gama de agentes de reticulación. Sin embargo, para facilitar la síntesis, generalmente se prefiere que los agentes de reticulación sean insolubles en agua.

25 [0048] Preferentemente, el agente de reticulación se selecciona del grupo que consiste en divinilbenceno y dimetacrilato de etilenglicol. Por ejemplo, el agente de reticulación se puede seleccionar entre 1,3- o 1,4-divinilbenceno (preferentemente 1,4-divinilbenceno) y dimetacrilato de etilenglicol. Otros agentes de reticulación adecuados incluyen, pero sin limitarse a los mismos, trimetacrilato de trimetilolpropano (TRIM), tetraacrilato de pentaeritritol (PETRA) y agentes de reticulación basados en acrilamida. Todos estos agentes de reticulación son adecuados para su uso en materiales poliméricos hiperreticulados.

30 [0049] Aunque el agente de reticulación y el monómero aromático pueden en algunos casos ser el mismo (por ejemplo, ambos pueden ser divinilbenceno), generalmente se prefiere que no sean el mismo.

35 [0050] El agente de reticulación puede tener una masa molar de más de 70 g/mol y menos de 500 g/mol. La masa molar puede estar entre más de 70 g/mol y menos de 400 g/mol, o entre más de 70 g/mol y menos de 300 g/mol.

Preparación del polímero

40 [0051] Tal como se mencionó anteriormente, el material polimérico se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un monómero que comprende un grupo aromático y un agente de reticulación.

[0052] El material polimérico puede obtenerse mediante polimerización por precipitación, polimerización en suspensión o polimerización en dispersión no acuosa. Los procedimientos para preparar polímeros son bien conocidos por el experto en la materia.

45 [0053] Las características del polímero reticulado pueden variarse haciendo cambios en los procedimientos mediante los cuales se producen. Por ejemplo, generalmente, se forman microesferas más pequeñas (microesferas a escala nanométrica) cuando se adoptan técnicas de preparación de polimerización en emulsión. Generalmente, se forman microesferas más grandes (microesferas de tamaño de micras a milímetros) utilizando polimerización en suspensión. Incluso se pueden formar microesferas más grandes utilizando polimerización por ascensión o sedimentación. El tamaño y el volumen de los poros se pueden variar cambiando el sistema de disolvente (la naturaleza y cantidad de disolvente) que se utiliza en la síntesis del polímero. La polimerización por precipitación tiende a producir polímeros con un tamaño de poro relativamente pequeño (del orden de unos pocos nanómetros).

50 [0054] Los materiales poliméricos reticulados preparados mediante polimerización por precipitación se pueden preparar mediante un procedimiento en el que se combinan soluciones de monómero aromático y agente de reticulación e iniciador. La reacción de polimerización produce una suspensión lechosa de partículas de polímero.

55 [0055] Los materiales poliméricos reticulados preparados mediante polimerización en dispersión no acuosa pueden prepararse mediante un procedimiento en el que una parte del monómero aromático se disuelve en un disolvente en presencia de un iniciador. Después de un período de tiempo, el agente de reticulación y el monómero aromático restante se añaden a la mezcla.

60 [0056] Los materiales poliméricos reticulados preparados mediante polimerización en suspensión se pueden preparar mediante un procedimiento en el que se añade una fase no acuosa que contiene el monómero aromático y el agente de reticulación a una fase acuosa y se mantiene en forma de gotitas en la misma.

65

[0057] Los materiales poliméricos hiperreticulados se pueden preparar mediante un procedimiento en el que se forma un polímero reticulado, se hincha y se hiperreticula. Por lo tanto, un polímero hiperreticulado se puede preparar mediante un procedimiento en el que un material polimérico reticulado (los obtenidos a partir de cualquier procedimiento descrito anteriormente) se deja hinchar en un disolvente. Entre los disolventes adecuados se incluyen 1,2-dicloroetano para un polímero altamente hinchado y heptano para un polímero menos hinchado. A continuación, se puede añadir un catalizador (por ejemplo, un catalizador de Friedel-Crafts, tal como cloruro férrico) a las partículas de polímero hinchadas para producir el polímero hiperreticulado. Cualquier catalizador residual se elimina preferiblemente del material polimérico mediante lavado con un disolvente adecuado, entre los que se incluyen, pero sin limitarse a los mismos, disolventes polares, tales como metanol, etanol, éter dimetílico o éter dietílico. La hiperreticulación parcial se puede llevar a cabo utilizando el catalizador en una pequeña cantidad (una relación molar de menos de 1:2 de catalizador con respecto a grupos reactivos, tales como grupos cloruro, en el polímero). De manera alternativa, se puede llevar a cabo una hiperreticulación exhaustiva utilizando el catalizador en una cantidad mayor (una relación molar de al menos 1:1 de catalizador con respecto a grupos reactivos, tales como grupos cloruro, en el polímero reticulado). La hiperreticulación parcial puede ir seguida de una hiperreticulación exhaustiva.

[0058] El polímero puede obtenerse mediante una reacción de polimerización en la que el monómero que comprende un grupo aromático y el agente de reticulación se utilizan en una proporción de 500:1 a 1:50 en peso. Esta proporción puede ser de 300:1 a 1:10, o de 200:1 a 1:2 en peso.

[0059] El monómero aromático y el agente de reticulación pueden utilizarse en una proporción de 500:1 a 20:1 en peso, o de 300:1 a 30:1 o de 200:1 a 50:1. Se cree que estas proporciones permiten un buen grado de hinchamiento durante la preparación de un polímero hiperreticulado. De manera alternativa, el monómero aromático y el agente de reticulación pueden utilizarse en una proporción de 10:1 a 1:50, o de 5:1 a 1:10, de 2:1 a 1:2 en peso. Se cree que estas proporciones proporcionan un buen grado de porosidad en materiales poliméricos que contienen un polímero no hiperreticulado.

[0060] El monómero aromático y el agente de reticulación representan preferiblemente al menos el 80 %, en peso de los monómeros utilizados para obtener el material polimérico, a veces al menos el 90 % y en ocasiones al menos el 95 % en peso.

Funcionalidad adicional

[0061] El material polimérico puede comprender una funcionalidad adicional, opcionalmente en forma de un grupo funcional injertado en el mismo.

[0062] Por ejemplo, se puede añadir al material una funcionalidad de neutralización de ácidos injertando un grupo funcional básico en el mismo. Otra funcionalidad que se puede añadir al material polimérico, por ejemplo, injertando grupos funcionales adecuados en el mismo, incluye la antioxidación.

[0063] El grupo funcional básico comprende preferiblemente una amina, tal como una amina acíclica, una amina aromática o un heterociclo que contiene N. Los grupos funcionales básicos preferidos comprenden una amina acíclica.

[0064] Los ejemplos de aminas acíclicas incluyen aminas primarias y aminas secundarias. Las aminas primarias, tales como los carbonatos de alquil amonio, son generalmente preferidas. Los ejemplos preferidos de aminas aromáticas incluyen difenildiamina y anilina. Los ejemplos preferidos de heterociclos que contienen N incluyen grupos imidazol, piridina, pirazina, pirazol, oxazol y piperidina.

Injerto de los grupos funcionales

[0065] Los grupos funcionales pueden injertarse en el polímero utilizando procedimientos conocidos. Por ejemplo, los grupos funcionales pueden injertarse en el material polimérico mediante una reacción de sustitución con grupos salientes, por ejemplo, halógenos, que están presentes en el polímero.

Compuestos aromáticos

[0066] Los compuestos aromáticos tienen preferiblemente una baja solubilidad en el fluido de hidrocarburos. Los compuestos aromáticos que se eliminan utilizando los procedimientos descritos en el presente documento son preferiblemente contaminantes, es decir, componentes que son indeseables en el fluido de hidrocarburos.

[0067] Los compuestos aromáticos son preferiblemente hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP), y más preferiblemente hidrocarburos aromáticos polinucleares (APN), que son hidrocarburos aromáticos policíclicos que contienen anillos aromáticos fusionados. Los HAP y los APN contienen dos o más anillos aromáticos, y preferiblemente tres o más anillos aromáticos.

[0068] En algunas realizaciones, los procedimientos de eliminación de compuestos aromáticos de líquidos de hidrocarburos descritos anteriormente se pueden utilizar para eliminar HAP (y APN) en forma de HAP no agregados,

tales como HAP moleculares, o HAP agregados (por ejemplo, en forma de hollín). Los HAP no agregados normalmente tendrán un tamaño de entre 1 y 500 nm. Los HAP agregados normalmente tendrán un tamaño de más de 500 nm.

[0069] El procedimiento de la presente invención también puede utilizarse para eliminar HAP en forma de lodos.

Fluido de hidrocarburos

[0070] Según la presente invención, el fluido de hidrocarburos con el que se utilizan los polímeros en fase sólida es un lubricante. En realizaciones preferidas, el fluido de hidrocarburos es para su uso en un motor de combustión interna, por ejemplo, un motor de encendido por compresión o un motor de encendido por chispa.

[0071] El lubricante puede comprender una cantidad mayoritaria de aceite de viscosidad lubricante y una cantidad menor de al menos un aditivo para lubricantes. Cantidad mayoritaria significa más del 50 % y cantidad menor significa menos del 50 % en peso.

Aceite de base

[0072] En al menos algunos ejemplos, el lubricante comprende aceite de base. El aceite de base comprende al menos un material de base. El lubricante puede comprender aceite de base en una cantidad de más del 50 % a aproximadamente el 99,5 % en peso, o de aproximadamente el 85 % a aproximadamente el 95 % en peso.

[0073] Los materiales de base pueden clasificarse como materiales de base del Grupo I, II, III, IV y V según la norma API 1509, "ENGINE OIL LICENSING AND CERTIFICATION SYSTEM", 17ª edición, Anexo E (octubre de 2013 con erratas de marzo de 2015)), tal como se establece en la tabla 1.

Tabla 1

Grupo	Contenido de hidrocarburo saturado (% en peso) ASTM D2007		Contenido de azufre (% en peso) ASTM D2622, D4294, D4927, D3120 o D1552		Índice de viscosidad ASTM D2270
I	< 90	y/o	> 0,03	y	≥ 80 y < 120
II	≥ 90	y	≤ 0,03	y	≥ 80 y < 120
III	≥ 90	y	≤ 0,03	y	≥ 120
IV	Polialfaolefinas				
V	Todos los materiales de base que no están en los grupos I, II, III o IV.				

[0074] Los materiales de base de Grupo I, Grupo II y Grupo III pueden derivar de aceites minerales. Los materiales de base del Grupo I se fabrican normalmente mediante procedimientos conocidos que comprenden la extracción de disolvente y desparafinado con disolvente o extracción con disolvente y desparafinado catalítico. Los materiales de base de Grupo II y Grupo III se fabrican normalmente mediante procedimientos conocidos que comprenden hidrogenación catalítica y/o hidrocraqueo catalítico e hidroisomerización catalítica. Entre los ejemplos de material de base del Grupo I se incluyen AP/E core 150, disponible en ExxonMobil. Entre los ejemplos de materiales de base del Grupo II se incluyen EHC 50 y EHC 110, por ejemplo, disponibles en ExxonMobil. Entre los ejemplos de materiales de base del grupo III se incluyen Yubase 4 y Yubase 6 disponibles, por ejemplo, en SK Lubricants. Entre los ejemplos de materiales de base del Grupo V se incluyen oligómeros hidrogenados de alfaolefinas. Entre los ejemplos de procesos para la preparación de los oligómeros se incluyen procedimientos con radicales libres, procesos con catálisis de Ziegler y procesos con catálisis de Friedel-Crafts catiónica. Los materiales de base de polialfaolefinas adecuados derivan de, por ejemplo, olefinas C₈, C₁₀, C₁₂, C₁₄ y mezclas de una o más de las mismas. Entre los ejemplos de materiales de base del Grupo V se incluyen materiales de base de éster, por ejemplo Priolube 3970, disponible en Croda International plc.

Aditivos para lubricantes

[0075] El lubricante también puede comprender aditivos para lubricantes. El lubricante puede comprender un único aditivo para lubricante, aunque normalmente comprenderá una combinación de aditivos para lubricantes. Los aditivos para lubricantes normalmente estarán presentes en el lubricante en una cantidad de aproximadamente 5 % a aproximadamente 40 % en peso, o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 30 % en peso.

[0076] Los aditivos para lubricantes adecuados incluyen detergentes (incluidos detergentes metálicos y no metálicos), modificadores de fricción, dispersantes (incluidos dispersantes metálicos y no metálicos), modificadores de viscosidad, modificadores de viscosidad dispersantes, mejoradores del índice de viscosidad, depresores del punto de fluidez, aditivos contra el desgaste, inhibidores de óxido, inhibidores de corrosión, antioxidantes (a veces también llamados inhibidores de oxidación), antiespumantes (a menudo denominados también agentes contra la formación de espuma),

agentes de hinchamiento de sellos (a menudo denominados también agentes de compatibilidad de sellos), aditivos de presión extrema (incluidos aditivos de presión extrema metálicos, no metálicos, que contienen fósforo, que no contienen fósforo, que contienen azufre y que no contienen azufre), tensioactivos, desemulsionantes, agentes contra el gripado, modificadores de cera, agentes lubricantes, agentes antimanchas, agentes cromofóricos y desactivadores de metales y mezclas de dos o más de los mismos.

[0077] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un detergente. Los ejemplos de detergentes incluyen detergentes sin cenizas (detergentes que no contienen metales) y detergentes que contienen metales. Los detergentes que no contienen metales adecuados se describen, por ejemplo, en el documento US 7.622.431. Los detergentes que contienen metales comprenden al menos una sal metálica de al menos un ácido orgánico, que se denomina jabón o tensioactivo. Los ácidos orgánicos adecuados incluyen, por ejemplo, ácidos sulfónicos, fenoles (adecuadamente sulfurados e incluyendo, por ejemplo, fenoles con más de un grupo hidroxilo, fenoles con anillos aromáticos fusionados, fenoles que han sido modificados (por ejemplo, fenoles con puentes de alquileo y fenoles condensados con base de Mannich y fenoles de tipo saligenina, producidos, por ejemplo, por reacción de fenol y un aldehído en condiciones básicas)) y derivados sulfurados de los mismos, y ácidos carboxílicos incluyendo, por ejemplo, ácidos carboxílicos aromáticos (por ejemplo, ácidos salicílicos sustituidos con hidrocarbilo y derivados de los mismos, por ejemplo, ácidos salicílicos sustituidos con hidrocarbilo y derivados sulfurados de los mismos).

[0078] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un modificador de fricción. Los modificadores de fricción adecuados incluyen, por ejemplo, aditivos productores de cenizas y aditivos sin cenizas (que no contienen metales). Los ejemplos de modificadores de fricción adecuados incluyen derivados de ácidos grasos que incluyen, por ejemplo, ésteres de ácidos grasos, amidas, aminas y aminas etoxiladas. Los ejemplos de modificadores de fricción de ésteres adecuados incluyen ésteres de glicerol, por ejemplo, monooleatos, dioleatos y trioleatos, monopalmitatos y monomiristatos. Un modificador de fricción de ésteres de ácidos grasos particularmente adecuado es el monooleato de glicerol. Los ejemplos de modificadores de fricción adecuados también incluyen compuestos de molibdeno, por ejemplo, compuestos de molibdeno orgánicos, dialquilditiocarbamatos de molibdeno, dialquiltiofosfatos de molibdeno, disulfuro de molibdeno, dialquilditiocarbamatos de grupos de trimolibdeno, compuestos de molibdeno sin azufre y similares. Compuestos adecuados que contienen molibdeno se describen, por ejemplo, en el documento EP 1533362 A1 por ejemplo en los párrafos [0101] a [0117].

[0079] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un dispersante. Los ejemplos de dispersantes sin cenizas adecuados (que no contienen metales) incluyen sales solubles en aceite, ésteres, aminoésteres, amidas, imidas y oxazolinas de ácidos monocarboxílicos y policarboxílicos sustituidos con hidrocarburos de cadena larga o anhídridos de los mismos; derivados de tiocarboxilato de hidrocarburos de cadena larga; hidrocarburos alifáticos de cadena larga que contienen restos de poliamina unidos directamente a los mismos; productos de condensación de Mannich formados por condensación de un fenol sustituido de cadena larga con formaldehído y polialquilen poliamina; productos de reacción de Koch y similares.

[0080] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un modificador de viscosidad dispersante. Se describen ejemplos de modificadores de viscosidad dispersantes adecuados y procedimientos para prepararlos en los documentos WO 99/21902, WO 2003/099890 y WO2006/099250.

[0081] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un mejorador del índice de viscosidad. Entre los ejemplos de modificadores de viscosidad adecuados se incluyen polímeros de hidrocarburos de alto peso molecular (por ejemplo, poliisobutileno, copolímeros de etileno y propileno y alfa-olefinas superiores); poliésteres (por ejemplo, polimetacrilatos); polímeros de poli(estireno-co-butadieno o isopreno) hidrogenados y modificaciones (por ejemplo, polímeros en estrella); y polímeros de poli(estireno-co-anhídrido maleico) esterificados. Los polímeros modificadores de la viscosidad solubles en aceite generalmente presentan pesos moleculares promedio en número de al menos aproximadamente 15000 a aproximadamente 1000000, tal como de aproximadamente 20000 a aproximadamente 600000, según se determina mediante cromatografía de permeación en gel o procedimientos de dispersión de luz.

[0082] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un depresor del punto de fluidez. Entre los ejemplos de depresores del punto de fluidez adecuados se incluyen copolímeros de fumarato de dialquilo C₈ a C₁₈/acetato de vinilo, metacrilatos, poliácrilatos, poliarilamidas, polimetacrilatos, metacrilatos de polialquilo, fumaratos de vinilo, ésteres de estireno, productos de condensación de ceras de haloparafina y compuestos aromáticos, polímeros de carboxilato de vinilo, terpolímeros de dialquilfumaratos, ésteres de vinilo de ácidos grasos y alil vinil éteres, cera de naftaleno y similares.

[0083] En, al menos, algunos ejemplos, el aditivo para lubricante incluye al menos un aditivo contra el desgaste. Los ejemplos de aditivos contra el desgaste adecuados incluyen aditivos que no contienen fósforo, por ejemplo, olefinas sulfuradas. Los ejemplos de aditivos contra el desgaste adecuados también incluyen aditivos contra el desgaste que contienen fósforo. Los ejemplos de aditivos contra el desgaste que contienen fósforo sin cenizas (que no contienen metal) adecuados incluyen fosfito de trilauro y fosforotionato de trifenilo y los descritos en el párrafo [0036] del documento US 2005/0198894. Entre los ejemplos de aditivos contra el desgaste que forman cenizas y que contienen fósforo adecuados se encuentran las sales metálicas de ditioposfato de dihidrocarbilo. Entre los ejemplos de metales adecuados de las sales metálicas de ditioposfato de dihidrocarbilo se encuentran los metales alcalinos y

ES 2 987 414 T3

alcalinotérreos, el aluminio, el plomo, el estaño, el molibdeno, el manganeso, el níquel, el cobre y el cinc. Entre las sales metálicas de ditiofosfato de dihidrocarbilo especialmente adecuadas se encuentran los dihidrocarbilo ditiofosfatos de cinc (ZDDP).

5 [0084] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un inhibidor de óxido. Entre los ejemplos de inhibidores de óxido adecuados se incluyen polioxialquilen polioles no iónicos y ésteres de los mismos, polioxialquilen fenoles, polioxialquilen polioles, ácidos alquilsulfónicos aniónicos, ditiofosfatos de cinc, fenolatos metálicos, sulfonatos metálicos básicos, ácidos grasos y aminas.

10 [0085] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un inhibidor de corrosión. Entre los ejemplos de inhibidores de corrosión adecuados se incluyen hidrocarburos fosfosulfurados y los productos obtenidos por la reacción de hidrocarburos fosfosulfurados con un óxido o hidróxido de metal alcalinotérreo, polioxialquilen polioles no iónicos y ésteres de los mismos, polioxialquilen fenoles, tiadiazoles, triazoles y ácidos alquilsulfónicos aniónicos. Los ejemplos de inhibidores de corrosión de ésteres epoxidados adecuados se describen en el documento US 2006/0090393.

15 [0086] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un antioxidante. Los ejemplos de antioxidantes adecuados incluyen difenilaminas alquiladas, fenilendiaminas N-alquiladas, fenil-a-naftilamina, fenil-a-naftilaminas alquiladas, dimetilquinolinas, trimetildihidroquinolinas y composiciones oligoméricas derivadas de las mismas, compuestos fenólicos impedidos (incluidos compuestos fenólicos sin cenizas (libres de metales) y sales metálicas neutras y básicas de ciertos compuestos fenólicos), aminas aromáticas (incluidas aminas aromáticas alquiladas y no alquiladas), alquilfenoles sulfurados y sales de metales alcalinos y alcalinotérreos de los mismos, hidroquinonas alquiladas, tiodifenil éteres hidroxilados, alquilidenedisfenoles, tiopropionatos, ditiocarbamatos metálicos, 1,3,4-dimercaptotiadiazol y derivados, compuestos de cobre solubles en aceite (por ejemplo, dihidrocarbilo tio- o tiofosfato de cobre, sales de cobre de ácidos carboxílicos sintéticos o naturales, por ejemplo, un ácido graso C₈ a C₁₈, un ácido insaturado o un ácido carboxílico ramificado, por ejemplo sales básicas, neutras o ácidas de Cu(I) y/o Cu(II) derivadas de ácidos o anhídridos alqueniilsuccínicos), sales de metales alcalinotérreos de tioésteres de alquilfenol, que contienen adecuadamente cadenas laterales de alquilo C₅ a C₁₂, nonilfenol sulfuro de calcio, t-octilfenil sulfuro de bario, dioctilfenilamina, hidrocarburos fosfosulfurados o sulfurados, fenatos solubles en aceite, fenatos sulfurados solubles en aceite, dodecilfenol sulfuro de calcio, hidrocarburos fosfosulfurados, hidrocarburos sulfurados, ésteres de fósforo, descomponedores de peróxido con bajo contenido de azufre y similares.

25 [0087] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un agente antiespumante. Entre los ejemplos de agentes antiespumantes adecuados incluyen siliconas, polímeros orgánicos, siloxanos (incluidos polisiloxanos y (poli)dimetilsiloxanos, fenilmetilsiloxanos), acrilatos y similares.

35 [0088] En algunas realizaciones, el lubricante comprende un agente de hinchamiento de sellos. Entre los ejemplos de agentes de hinchamiento de sellos adecuados se incluyen ácidos orgánicos de cadena larga, fosfatos orgánicos, ésteres aromáticos, hidrocarburos aromáticos, ésteres (por ejemplo, ftalato de butilbencilo) y anhídrido polibutenil succínico.

40 [0089] El lubricante puede comprender aditivos para lubricantes en las cantidades que se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

Tipo de aditivo	Lubricante	
	Cantidad adecuada (activos), si está presente, en peso	Cantidad preferida (activos), si está presente, en peso
Aditivos contra el desgaste que contienen fósforo	que corresponden a de aproximadamente 10 a aproximadamente 6000 ppm P	que corresponden a de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm P
Aditivos contra el desgaste que contienen molibdeno	que corresponden a de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm Mo	que corresponden a de aproximadamente 40 a aproximadamente 600 ppm Mo
Aditivos contra el desgaste que contienen boro	que corresponden a de aproximadamente 10 a aproximadamente 500 ppm B	que corresponden a de aproximadamente 50 a aproximadamente 100 ppm B
Modificadores de fricción	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 5 %	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 1,5 %
Aditivos que contienen molibdeno	que corresponden a de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm Mo	que corresponden a de aproximadamente 50 a aproximadamente 600 ppm Mo
Dispersantes	desde aproximadamente el 0,1 hasta aproximadamente el 20 %	desde aproximadamente el 0,1 hasta aproximadamente el 8 %

Detergentes	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 6 %	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 4 %
Mejoradores del índice de viscosidad	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 20 %	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 15 %
Depresores del punto de fluidez	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 5 %	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 1,5 %
Inhibidores de la corrosión y/u el óxido	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 5 %	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 1,5 %
Antioxidantes	desde aproximadamente el 0,01 hasta aproximadamente el 10 %	desde aproximadamente el 0,5 hasta aproximadamente el 5 %
Antiespumantes que contienen silicio	que corresponden a desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 20 ppm Si	que corresponden a desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 10 ppm Si

[0090] Una ventaja de los materiales poliméricos en fase sólida, cuando se utilizan en el sistema lubricante, es que proporcionan la funcionalidad aportada normalmente por otros aditivos para lubricantes, tales como los aditivos dispersantes. Por lo tanto, en algunas realizaciones, al utilizar el material polimérico, la cantidad de aditivos en la composición lubricante, por ejemplo, la cantidad de dispersante, se puede reducir en comparación con las composiciones lubricantes típicas sin comprometer el rendimiento. Además, a diferencia de los aditivos dispersantes, no se cree que el material polimérico aumente la viscosidad del lubricante ni provoque problemas con los sellos que están presentes en el sistema lubricante.

[0091] El uso del material polimérico en fase sólida en el sistema lubricante también puede significar que se puede reducir el contenido de aditivos que contienen metales en el lubricante. En algunas realizaciones, el lubricante está libre de dihidrocarbilo ditiofosfatos de cinc. En otras realizaciones, el lubricante puede incluso contener sustancialmente solo nitrógeno, carbono, oxígeno e hidrógeno. El uso del material polimérico en fase sólida también puede significar que se puede modificar el sistema de filtración.

Sistema en el que se utiliza fluido de hidrocarburos

[0092] El material polimérico en fase sólida se utiliza preferiblemente en un lubricante que forma parte de un sistema lubricante en un motor de combustión interna. Una vez que los compuestos aromáticos son secuestrados del lubricante, no pueden provocar, por ejemplo, un espesamiento del aceite ni un desgaste abrasivo. Además, el uso del material polimérico en fase sólida puede permitir que se utilice una concentración menor de aditivos dispersantes en el lubricante, así como una refinación más sencilla de los lubricantes usados.

[0093] En algunas realizaciones, el lubricante puede extraerse del sistema lubricante, limpiarse utilizando el material polimérico en fase sólida y reintroducirse en el sistema lubricante.

[0094] Sin embargo, es preferible que el material polimérico en fase sólida se introduzca en el sistema lubricante en un formato que maximice el área superficial disponible, por ejemplo, en forma de microesferas. El material polimérico en fase sólida se puede utilizar en cualquier área de un sistema lubricante, aunque es altamente preferido que no comprometa la circulación del lubricante. El material polimérico en fase sólida se mantiene preferiblemente dentro del sistema lubricante de modo que no salga del sistema lubricante, por ejemplo, hacia una cámara de combustión. Las ubicaciones adecuadas para mantener el material polimérico en fase sólida incluyen en el fondo de un cárter de motor, en un tapón de cárter, en un enfriador de aceite o detrás de un filtro. El material polimérico en fase sólida también se puede incorporar en un filtro. El material polimérico en fase sólida también se puede mantener en una cámara fuera del motor que está conectada al sistema lubricante.

[0095] Preferentemente, el material polimérico en fase sólida en forma de microesferas de polímero se utiliza en un lecho fluidizado sobre el que el lubricante puede fluir libremente. Por ejemplo, el material polimérico en fase sólida puede estar contenido en una bolsa que sirve para evitar su movimiento alrededor del motor, pero que es permeable al lubricante. El material polimérico en fase sólida también puede moldearse en un material compuesto o inmovilizarse en una matriz, por ejemplo, una matriz porosa que comprende el material polimérico en fase sólida.

[0096] El material polimérico en fase sólida puede reemplazarse periódicamente por material no utilizado o por material rejuvenecido (tal como material que ha sido renovado para que pueda eliminar más compuestos aromáticos).

Eliminación de aromáticos

[0097] La presente invención da a conocer procedimientos en los que se eliminan compuestos aromáticos de un fluido de hidrocarburos. La presente invención también da a conocer el uso de materiales poliméricos en fase sólida para eliminar compuestos aromáticos de un hidrocarburo.

[0098] El material polimérico en fase sólida se puede utilizar en una cantidad de al menos 1 g, y preferiblemente más

de 1 g, por litro de fluido de hidrocarburos.

[0099] En algunas realizaciones, el material polimérico en fase sólida se utiliza para eliminar compuestos aromáticos a medida que se hacen presentes en el fluido de hidrocarburos, en otras palabras, a medida que se transfieren desde la cámara de combustión al sistema de lubricante. Estas realizaciones representan usos de "mantenimiento limpio" del material polimérico en fase sólida. En otras realizaciones, el material polimérico en fase sólida se utiliza para eliminar compuestos aromáticos de un fluido en el que los compuestos aromáticos ya se han acumulado. Estas realizaciones representan usos de "limpieza" del material polimérico en fase sólida.

[0100] Dado que el material polimérico en fase sólida se puede utilizar para eliminar HAP en forma de precursores de hollín y/o partículas primarias de hollín de un fluido de hidrocarburos, la presente invención también da a conocer un procedimiento para prevenir la acumulación de hollín y/o lodo en un lubricante, así como el uso del material polimérico en fase sólida para prevenir la acumulación de hollín y/o lodo. Se puede suministrar un kit que comprende una composición lubricante y el material polimérico en fase sólida para su uso en estas realizaciones.

[0101] La capacidad del material polimérico en fase sólida para eliminar compuestos aromáticos de un fluido de hidrocarburos se puede probar utilizando procedimientos de laboratorio. El procedimiento puede comprender sumergir el material polimérico en fase sólida (por ejemplo, sumergiendo 25 g de microesferas de polímero) en un fluido de hidrocarburos (tal como heptano, en una cantidad de, por ejemplo, 500 µl) que contiene compuestos aromáticos (por ejemplo, cada uno de los siguientes: acenafteno, antraceno, pireno, 1-nitropireno y 2-metilnaftaleno, en una cantidad de 30 µg/ml) durante 24 horas a temperatura ambiente. El material polimérico en fase sólida utilizado (microesferas de polímero) se puede eliminar de la solución mediante filtración.

[0102] La proporción de compuestos aromáticos eliminados del fluido de hidrocarburos se puede determinar comparando el contenido de compuestos aromáticos en el fluido de hidrocarburos antes y después de la prueba, por ejemplo, utilizando análisis termogravimétrico (TGA). Preferentemente, el análisis termogravimétrico se lleva a cabo de acuerdo con el procedimiento divulgado en el Anexo A4 de la norma ASTM D5967-15a.

[0103] La presente invención se describirá ahora con referencia a los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplos

Ejemplo 1: Preparación de materiales poliméricos en fase sólida

Preparación de P2, poli(estireno-co-VBC-co-EGDMA) ligeramente reticulado

[0104] A un matraz de 3 bocas de 150 ml, equipado con un agitador de varilla (agitador de Teflon™ de 2 palas), condensador y entrada de gas, se añadió estabilizador (PVP 360, 1 g), coestabilizador (Triton X-405, 0,35 g), todo el monómero estireno (5,025 g, 48,3 mmol), la mitad del comonómero funcional VBC (2,51 g, 13,2 mmol), la mitad del disolvente total etanol (18,75 g, 23,8 ml) y todo el iniciador AIBN (2 % en peso relativo a la masa total del monómero, 0,201 g, 1,9 mmol). El contenido del matraz se agitó a 100 rpm y, una vez homogéneo, la solución resultante se desgasificó bajo N₂ burbujeando nitrógeno a través de la solución durante 30 minutos (a partir de ahí, la reacción se llevó a cabo bajo una manta de nitrógeno). A continuación, la reacción se calentó hasta 70 °C durante 1 hora. A continuación, se añadió una solución del agente de reticulación EGDMA (1 % en peso en relación con la masa total del monómero, 0,10 g, 0,5 mmol) disuelto en el comonómero funcional restante VBC (2,51 g, 13,2 mmol) y el disolvente de etanol restante (18,75 g, 23,8 ml) calentado hasta 70 °C. A continuación, se dejó que la polimerización continuara durante otras 23 horas. Las partículas resultantes se centrifugaron a 9000 rpm durante 10 minutos. A continuación, se eliminó el sobrenadante líquido y las partículas se resuspendieron en etanol y se centrifugaron nuevamente. Este proceso se repitió una vez más en etanol y otras dos veces en metanol. Finalmente, las partículas se filtraron al vacío en un filtro de membrana de nailon de 0,45 µm antes de secarlas durante la noche hasta obtener una masa constante en un horno de vacío (60 mbar, 40 °C).
Rendimiento: 7,1 g, 72 %

Preparación de P11, poli(estireno-co-VBC-co-EGDMA) hiperreticulado

[0105] A un matraz de 3 bocas de 150 ml, equipado con un agitador de varillas, condensador y entrada de gas, se añadieron partículas de polímero precursor poli(estireno-co-VBC-co-EGDMA), TM11 (2 g) y 1,2-dicloroetano (60 ml). Las partículas se dejaron hinchar durante 1 hora a temperatura ambiente mientras el sistema se purgaba con N₂. Se añadió cloruro férrico (1,03 g, 6,4 mmol) (relación molar 1:1 con respecto a los grupos de clorometilo colgantes presentes en las partículas del precursor; las partículas precursoras tenían un contenido de cloro esperado del 11,3 %) disuelto en 1,2-dicloroetano (60 ml) a las partículas de polímero hinchadas y la reacción se calentó hasta 80 °C durante 18 horas. El producto se filtró al vacío en un filtro de membrana de nailon de 0,45 µm y se lavó con metanol y HNO₃ acuoso (2 M). A continuación, las partículas se extrajeron durante la noche con acetona en un extractor Soxhlet. Las partículas se filtraron nuevamente en una membrana de nailon de 0,45 µm y se lavaron con metanol y éter dietílico antes de secarlas en un horno de vacío (60 mbar, 40 °C) hasta obtener una masa constante.
Rendimiento: 1,6 g, 89 %

Preparación de P5, poli(VBC-co-4-VP-co-EGDMA) ligeramente reticulado

[0106] A un matraz de 3 bocas de 150 ml, equipado con un agitador de varillas (agitador de Teflon™ de 2 palas), condensador y entrada de gas, se añadió estabilizador (PVP 360, 1 g), coestabilizador (Triton X-405, 0,35 g), todo el monómero VBC (9,36 g, 61,3 mmol), la mitad del comonómero funcional 4-vinilpiridina (0,32 g, 3 mmol), la mitad del disolvente total de etanol (18,75 g, 23,8 ml) y todo el iniciador, AIBN (2 % en peso relativo a la masa total del monómero, 0,2 g, 1,9 mmol). El contenido del matraz se agitó a 100 rpm y, una vez homogéneo, la solución resultante se desgasificó bajo N₂ burbujeando nitrógeno a través de la solución durante 30 minutos (a partir de ahí, la reacción se llevó a cabo bajo una manta de nitrógeno). A continuación, la reacción se calentó hasta 70 °C durante 1 hora. A continuación, se añadió una solución del agente de reticulación, EGDMA (1 % en peso en relación con la masa total del monómero, 0,1 g, 0,5 mmol) disuelto en el comonómero funcional restante, 4-vinilpiridina (0,32 g, 3 mmol) y el disolvente restante, etanol (18,75 g, 23,8 ml), calentado hasta 70 °C. A continuación, se dejó que la polimerización continuara durante otras 23 horas. Las partículas resultantes se centrifugaron a 9000 rpm durante 10 minutos. A continuación, se eliminó el sobrenadante líquido y las partículas se resuspendieron en etanol y se centrifugaron nuevamente. Este proceso se repitió una vez más en etanol y otras dos veces en metanol. Finalmente, las partículas se filtraron al vacío en un filtro de membrana de nailon de 0,22 µm antes de secarlas durante la noche hasta obtener una masa constante en un horno de vacío (60 mbar, 40 °C).
Rendimiento: 8,2 g, 82 %

Preparación de P13, poli(VBC-co-4-VP-co-EGDMA) hiperreticulado

[0107] A un matraz de 3 bocas de 150 ml, equipado con un agitador de varillas, condensador y entrada de gas, se añadieron partículas de polímero precursor Poli(VBC-co-4-VP-co-EGDMA), TM19 (1,5 g) y 1,2-dicloroetano (40 ml). Las partículas se dejaron hinchar durante 1 hora a temperatura ambiente mientras el sistema se purgaba con N₂. Se añadió cloruro férrico (1,45 g, 9 mmol) (relación molar 1:1 con respecto a los grupos clorometilo colgantes presentes en las partículas del precursor; las partículas del precursor tenían un contenido de cloro esperado de 21,2 %) disuelto en 1,2-dicloroetano (40 ml) a las partículas de polímero hinchadas y la reacción se calentó hasta 80 °C durante 18 horas. El producto se filtró al vacío en un filtro de membrana de nailon de 0,45 µm y se lavó con metanol y HNO₃ acuoso (2 M). A continuación, las partículas se extrajeron durante la noche con acetona en un extractor Soxhlet. Las partículas se filtraron nuevamente en una membrana de nailon de 0,45 µm y se lavaron con metanol y éter dietílico antes de secarlas en un horno de vacío (60 mbar, 40 °C) hasta obtener una masa constante.
Rendimiento: 1,2 g, 96 %

Ejemplo 2: Uso de materiales poliméricos en fase sólida para eliminar compuestos aromáticos

[0108] Se añadieron 25 mg de microsferas de polímero a una solución de 500 µl que contenía 30 µg/ml de diferentes HAP (acenapteno, antraceno, pireno, 1-nitropireno y 2-metilnaftaleno) en heptano. Las muestras se incubaron durante 24 horas a temperatura ambiente. Las microsferas de polímero se eliminaron de la solución mediante filtración. Se midió la concentración de HAP que quedaban en la solución. El porcentaje de HAP eliminados se resume en la siguiente tabla:

Tabla 3

	Polímero		% de HAPs eliminados de la solución				
			Acenafteno	Antraceno	Pireno	1-nitropireno	2-metilnaftaleno
Control	Ninguno		0	0	0	0	0
Polímeros ligeramente reticulados	P1	Poli(estireno-co-EGDMA)	6	5	15	37	7
	P2	Poli(estireno-co-VBC-co-EGDMA)	7	5	21	50	0
	P3	Poli(estireno-co-4-VP-co-EGDMA)	8	3	20	43	3
	P4	Poli(DVB-80-co-4-VP)	3	11	5	13	7

ES 2 987 414 T3

		P5	Poli(VBC-co-4-VP-co-EGDMA)	10	30	40	80	3
Polímeros fuertemente reticulados		P6	Poli(DVB-80)	17	16	34	70	13
		P7	Poli(DVB-80-co-4-VP) ²	22	26	40	73	20
		P8	Poli(DVB-80-co-4-VP) ²	21	27	43	73	20
		P9	Poli(DVB-80-co-4-VP) ²	22	27	43	73	10
Polímeros hiperreticulados		P10	Poli(DVB-80-co-VBC)	30	39	58	77	23
		P11	Poli(estireno-co-VBC-co-EGDMA)	21	19	43	73	17
		P12	Poli(estireno-co-VBC-co-EGDMA) ¹	20	23	40	70	17
		P13	Poli(VBC-co-4-VP-co-EGDMA)	49	74	87	100	40
		P14	Poli(VBC-co-4-VP-co-EGDMA) ¹	52	68	86	97	43
¹ Producido mediante hiperreticulación parcial, seguida de hiperreticulación exhaustiva. ² Se utilizan diferentes iniciadores de radicales en la preparación de los polímeros.								

[0109] Se puede observar que los materiales poliméricos descritos en el presente documento se pueden utilizar para eliminar los HAP del heptano. Se obtuvieron resultados particularmente eficaces utilizando los polímeros más porosos (tanto los no hiperreticulados como los hiperreticulados).

5

[0110] Para determinar la eficacia del procedimiento de manera cuantitativa y el mecanismo por el cual los materiales poliméricos fueron capaces de secuestrar compuestos aromáticos de fluidos de hidrocarburos, se realizaron pruebas de motor, análisis TEM (Microscopía Electrónica de Transmisión) y SEM (Microscopía Electrónica de Barrido) junto con el análisis de TGA descrito anteriormente.

10

[0111] Ejemplo 3. Prueba de motor encendido. Se utilizó un motor diésel monocilíndrico de 0,5 litros para realizar una prueba de motor encendido. El motor estaba provisto de dos filtros de aceite paralelos para permitir la adición de microesferas de polímero. Los dos filtros de aceite estaban en paralelo para permitir un cambio fácil de uno a otro, con el filtro estándar en el circuito 1 y el filtro cargado con microesferas de polímero en el circuito 2. Ambos filtros de aceite estaban conectados al motor a través de una serie de válvulas, de modo que el lubricante fluía desde los filtros a un enfriador antes de entrar en el motor y ser bombeado de vuelta a través de los filtros por una bomba de aceite en un bucle continuo.

15

[0112] Para llevar a cabo la prueba, se cargó previamente un lubricante candidato con microesferas de polímero de 2,5 g en el lado del muelle del filtro de aceite en el circuito 2 de modo que el lubricante que salía del motor pasara sobre las microesferas antes de fluir a través del filtro. Esto era para permitir un contacto suficiente de las microesferas de polímero con el lubricante sin que las microesferas de polímero entraran en el propio motor. Se utilizaron dos composiciones diferentes de microesferas de polímero:

20

Muestra de microesfera de polímero	Composición
A	Divinilbenceno 80 % en peso, 4-vinilpiridina 20 % en peso
B	Estireno 49,5 % en peso, cloruro de vinilbencilo 49,5 % en peso, dimetacrilato de

ES 2 987 414 T3

	etilenglicol 1 % en peso
--	--------------------------

- [0113] Una vez cargado en el circuito 2, se extrajo una primera muestra de 100 ml de lubricante para su análisis. Después de esto, el calentador del motor y la bomba de aceite iniciaron la secuencia de arranque del motor. A continuación, el motor se mantuvo en una condición de estado estacionario durante una hora antes de detenerse para repostar, momento en el que se extrajo una muestra de 100 ml de lubricante del circuito 2 para su análisis, y el motor se volvió a poner en marcha y funcionó en la condición de estado estacionario. Este proceso se repitió durante 8 horas, después de lo cual se extrajeron 100 ml finales de lubricante para su análisis. La calibración del punto del motor en estado estacionario fue:
- Presión de admisión de aire aspirado de forma natural;
 - Presión de inyección de 1800 bar;
 - Inyección única;
 - 10,5 °C BTDC (antes del punto muerto superior) al inicio de la inyección principal;
 - Duración de la inyección principal: 0,5 ms.
- [0114] Esto creó una combustión máxima de alta presión en el cilindro y con exceso de combustible, incluso justo después del PMS, para empujar la mayor cantidad posible de hollín de la combustión debido al exceso de combustible más allá de los anillos del pistón y hacia el lubricante. La lectura de humo de escape no superó el 20 % durante la duración de la prueba. En cada prueba, la temperatura del refrigerante se mantuvo a 55 °C.
- [0115] Se llevaron a cabo cinco pruebas: dos lubricantes de referencia y tres que contenían microesferas de polímero, tal como se muestra en la tabla siguiente. Cada muestra se analizó utilizando TGA de acuerdo con la norma ASTM D5967 tal como se describió anteriormente.

Número de prueba	Muestra	Símbolo en el gráfico (Figura 1)
1	Ejemplo de Referencia 1	◆
2	Muestra 1 Polímero A	■
3	Muestra 2 Polímero A (doble tiempo de prueba)	▲
4	Ejemplo de Referencia 2 ³	✕
5	Muestra 3 Polímero B	●
³ cambio de combustible de base		

- [0116] La Figura 1 es un gráfico que muestra el porcentaje de hollín obtenido mediante TGA en función del tiempo para varias composiciones de lubricante de referencia y composiciones de lubricante que emplean microesferas de polímero. El uso de un ajuste lineal de los datos para la muestra de referencia 1 permite examinar el efecto de las microesferas de polímero. Inicialmente, la cantidad de hollín en el lubricante para las muestras que contienen microesferas de polímero está entre los dos ejemplos de referencia. Con el tiempo, la cantidad de hollín en cada muestra de referencia aumenta, mientras que en cada muestra que contiene microesferas de polímero disminuye o permanece aproximadamente constante.
- [0117] Para determinar cómo las microesferas de polímero secuestran el hollín del lubricante usado, se obtuvieron una serie de imágenes TEM (microscopio electrónico de transmisión) y SEM (microscopio electrónico de barrido) a diversos aumentos. Cada muestra tenía aproximadamente 100 µm de diámetro y se preparó para TEM en un microscopio electrónico de transmisión JEOL 2010 que funcionaba a 200 kV utilizando una rejilla plegable. La Figura 2a es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición A antes de la exposición al hollín en un sistema lubricante y la Figura 2b es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición A después de la exposición al hollín en un sistema lubricante. La superficie de la microesfera de polímero en la Figura 2a es relativamente lisa, mientras que en la Figura 2b tiene depósitos de un material diferente en su superficie. La Figura 3a es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición B antes de la exposición al hollín en un sistema lubricante y la Figura 3b es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición B después de la exposición al hollín en un sistema lubricante. Nuevamente, la superficie de la microesfera de polímero de la Figura 3a es relativamente lisa, y la de la Figura 3b tiene depósitos de un material diferente en su superficie. La Figura 4 es una micrografía de microscopio electrónico de transmisión (TEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición B después de la exposición al hollín en un sistema lubricante. En esta imagen, la ampliación de la superficie de la microesfera de polímero muestra una capa desordenada de aproximadamente 400 a 500 nm de grosor, formada de carbono. No se observó evidencia de grafitización. Se determinó que este material era carbono desordenado, lo que indica que la microesfera de polímero había secuestrado

de hecho hollín de un lubricante usado y lo había mantenido en su superficie.

5 [0118] Para comprender cómo se distribuye la capa superficial a lo largo de la superficie de las microesferas de polímero, se utilizó una microscopía electrónica de barrido para examinar la superficie antes y después de la exposición al lubricante usado y al hollín. La Figura 5 es una micrografía de microscopio electrónico de barrido (SEM) que muestra la superficie y una región destacada en la superficie de una microesfera de polímero de composición A antes de la exposición al hollín en un sistema lubricante, y la Figura 6 es una micrografía de microscopio electrónico de barrido (SEM) que muestra la superficie de una microesfera de polímero de composición B después de la exposición al hollín en un sistema lubricante. La superficie de la microesfera de polímero en la Figura 5 es relativamente plana y libre de cualquier depósito, mientras que la Figura 6 muestra una serie de regiones aproximadamente circulares de depósitos de carbono, lo que indica la presencia de hollín en la superficie de la microesferas de polímero.

10 [0119] La Figura 7 es una micrografía de microscopio electrónico de barrido (SEM) que muestra una parte ampliada de la superficie de la microesfera de polímero fotografiada en la Figura 5. Una característica beneficiosa de las microesferas de polímero analizadas anteriormente es el área superficial específica elevada, que tiene un papel positivo en el secuestro del hollín de un lubricante. La región ampliada que se muestra en la Figura 7 da una idea de cómo aumenta, ya que, aunque la superficie de la microesfera de polímero parece plana con un aumento bajo, en una inspección más cercana la superficie está muy texturizada.

20 [0120] Otras realizaciones preferidas de la invención serán evidentes a partir de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para eliminar compuestos aromáticos de un lubricante que comprende más del 50 % a aproximadamente el 99,5 % en peso de aceite de base, comprendiendo el procedimiento poner en contacto el lubricante con un material polimérico en fase sólida, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero hiperreticulado que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm, comprendiendo el polímero hiperreticulado grupos aromáticos,
10 en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un monómero que comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación.
- 15 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el grupo aromático se selecciona de un grupo vinil benceno, un grupo vinil piridina, un grupo vinil pirazina, un grupo vinil imidazol, un grupo vinil pirazol, un grupo vinil oxazol, un grupo vinil tiofeno, un grupo vinil naftaleno, un grupo vinil antraceno, un grupo vinil fenantreno, un grupo vinil tetrazol, un grupo vinil-nitruro de boro y derivados de los mismos.
- 20 3. Procedimiento, según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el agente de reticulación se selecciona entre divinil benceno y dimetacrilato de etilenglicol.
- 25 4. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el material polimérico en fase sólida comprende un polímero hiperreticulado que se puede obtener introduciendo reticulaciones en un polímero que está en un estado hinchado.
- 30 5. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el material polimérico en fase sólida está en forma de microesferas de polímero, preferiblemente con una media de diámetro promedio de 0,1 a 1500 μm medido utilizando microscopía electrónica de barrido.
- 35 6. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el material polimérico está en forma de lámina.
- 40 7. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el polímero hiperreticulado tiene un área superficial específica de 1000 a 3000 m^2/g .
- 45 8. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el polímero hiperreticulado contiene mesoporos.
- 50 9. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el polímero hiperreticulado tiene un volumen de poro de 0,01 a 5 cm^3/g , medido de acuerdo con la norma ISO 15901 - 2:2006 para mesoporos y macroporos y de acuerdo con la norma ISO 15901 - 3:2006 para microporos.
- 55 10. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el material polimérico en fase sólida comprende además un grupo funcional injertado en el mismo, en el que el grupo funcional preferiblemente aporta antioxidación.
- 60 11. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el procedimiento comprende extraer el lubricante de un sistema lubricante, poner en contacto el lubricante con el material polimérico en fase sólida, extraer el material polimérico en fase sólida del lubricante y reintroducir el lubricante en el sistema lubricante.
- 65 12. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el material polimérico en fase sólida está presente:
en un sistema lubricante en forma de lecho fluidizado o contenido en una bolsa, siendo la bolsa permeable al lubricante;
o
en un filtro dentro del sistema lubricante.
- 70 13. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que los compuestos aromáticos son hidrocarburos aromáticos policíclicos, y preferiblemente hidrocarburos aromáticos polinucleares.
- 75 14. Procedimiento para prevenir la acumulación de hollín o lodo en un sistema que comprende un lubricante que comprende más del 50 % a aproximadamente el 99,5 % en peso de aceite de base, comprendiendo dicho procedimiento poner en contacto un material polimérico en fase sólida con el lubricante, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero hiperreticulado que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm, conteniendo el polímero hiperreticulado grupos aromáticos, y hacer funcionar el sistema, en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un monómero que comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación.
- 80 15. Kit que comprende una composición lubricante para un motor de combustión interna y un material polimérico en fase sólida, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero hiperreticulado que contiene grupos

aromáticos y que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm,
en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un
monómero que comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación,
y en el que el lubricante comprende más del 50 % a aproximadamente el 99,5 % en peso de aceite de base.

5
16. Uso de un material polimérico en fase sólida para eliminar compuestos aromáticos de una composición lubricante
para un motor de combustión interna, comprendiendo el material polimérico en fase sólida un polímero hiperreticulado
que contiene grupos aromáticos y que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm,
10 en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un
monómero que comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación.

17. Uso de un material polimérico en fase sólida para prevenir la acumulación de hollín o lodo en un sistema que
comprende un lubricante para un motor de combustión interna, comprendiendo el material polimérico en fase sólida
un polímero hiperreticulado que contiene grupos aromáticos y que tiene un tamaño medio de poro de 0,1 a 100 nm,
15 en el que el material polimérico en fase sólida se puede obtener mediante una reacción de polimerización entre un
monómero que comprende un grupo aromático de vinilo y un agente de reticulación.

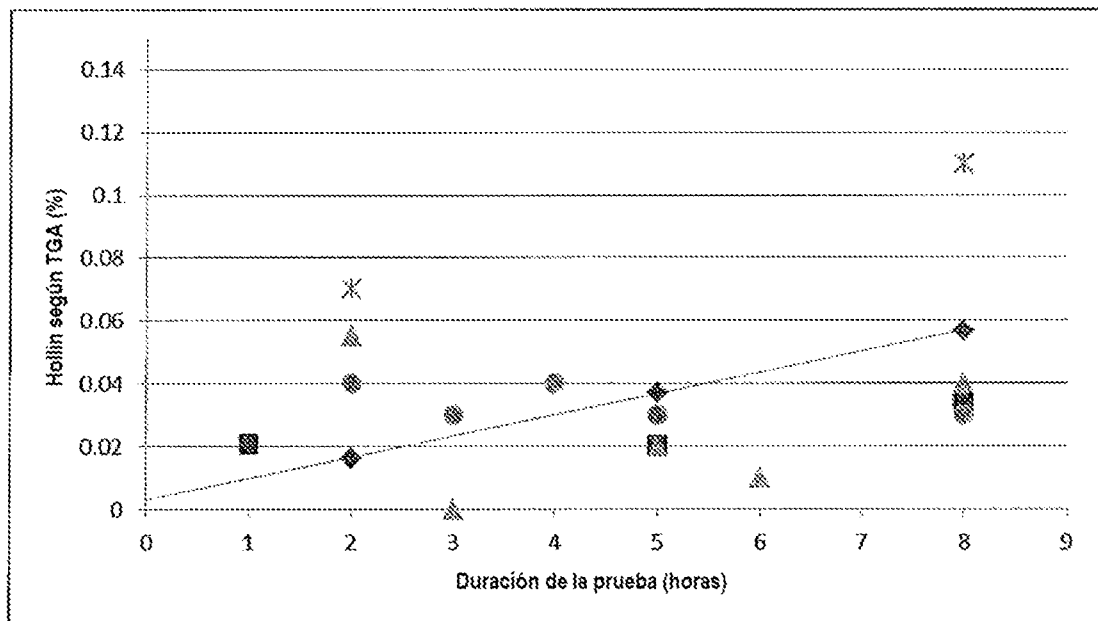


FIG. 1

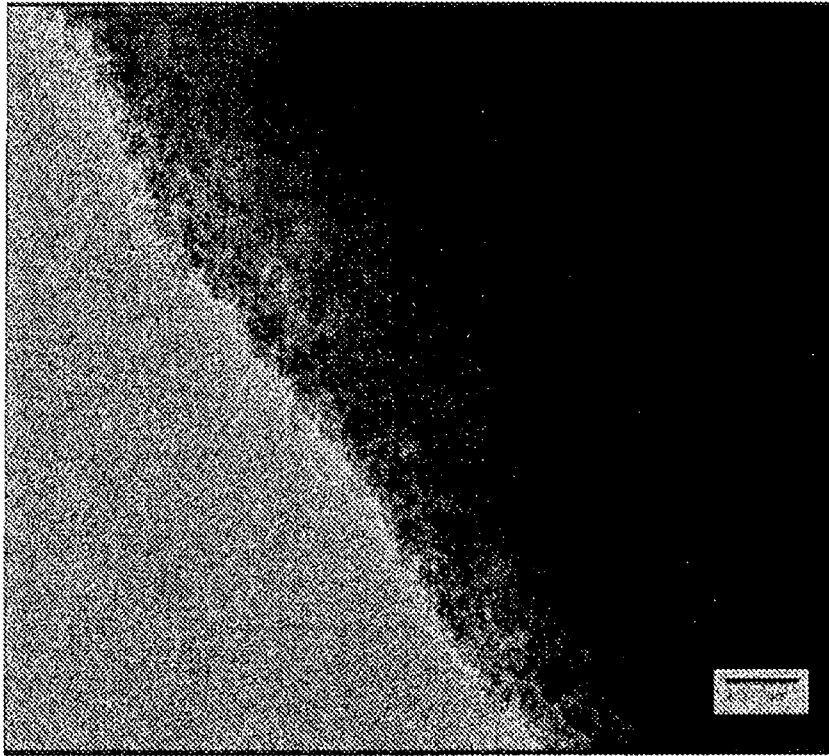


FIG. 2a

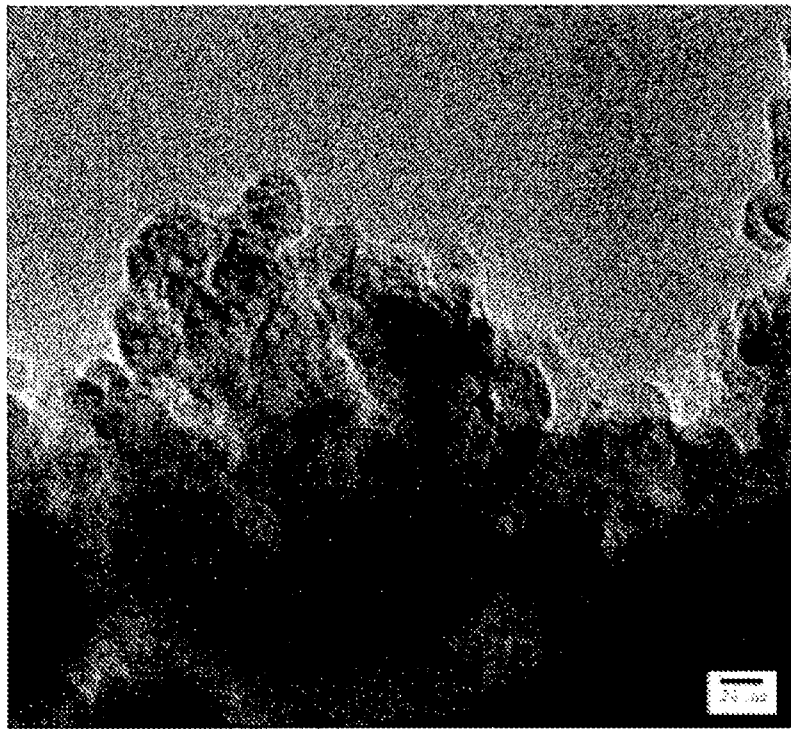


FIG. 2b

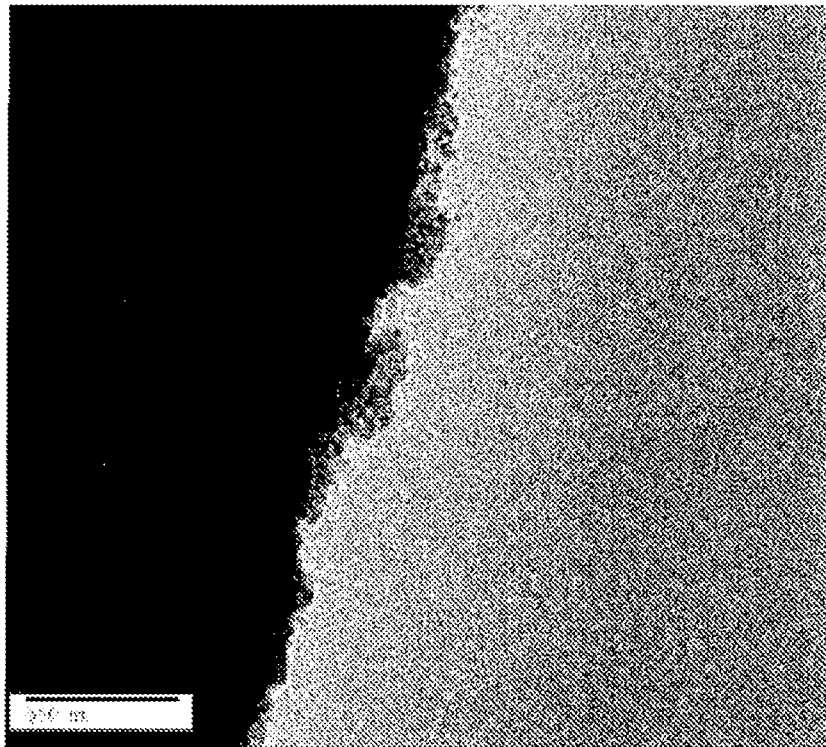


FIG. 3a

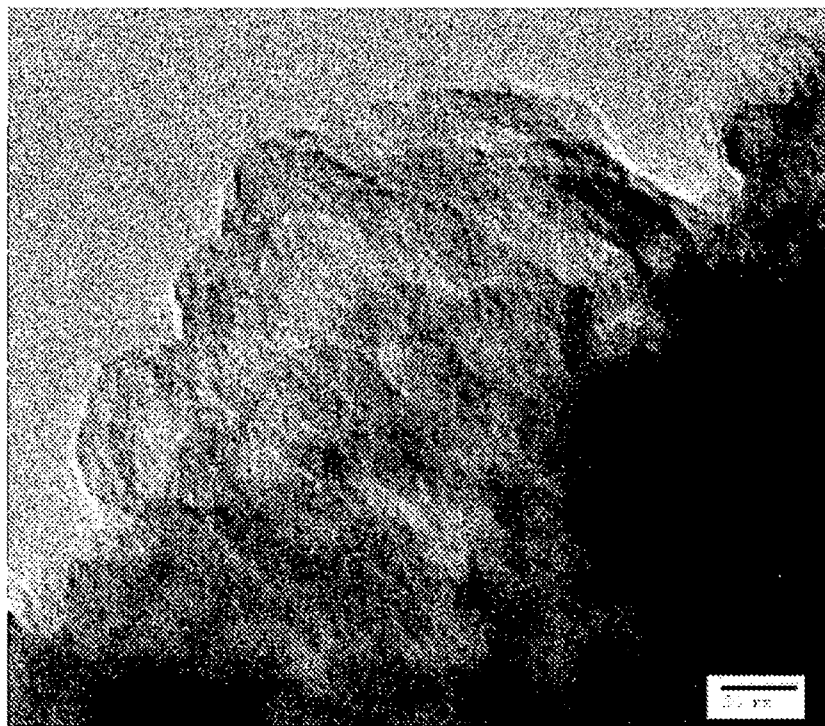
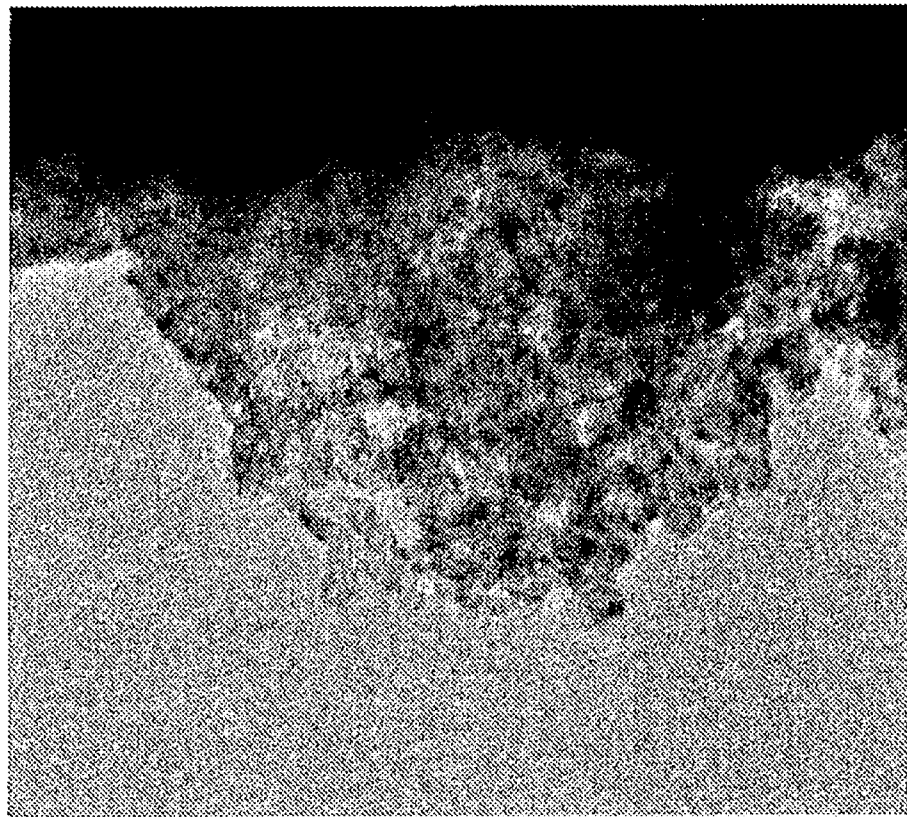


FIG. 3b



SEI: 0.400000
Mag: 5.000000 x1000

100 um
HV = 20.0kV
Autoscale: 512.00k
XNT LAMURE SYSTEM

FIG. 4

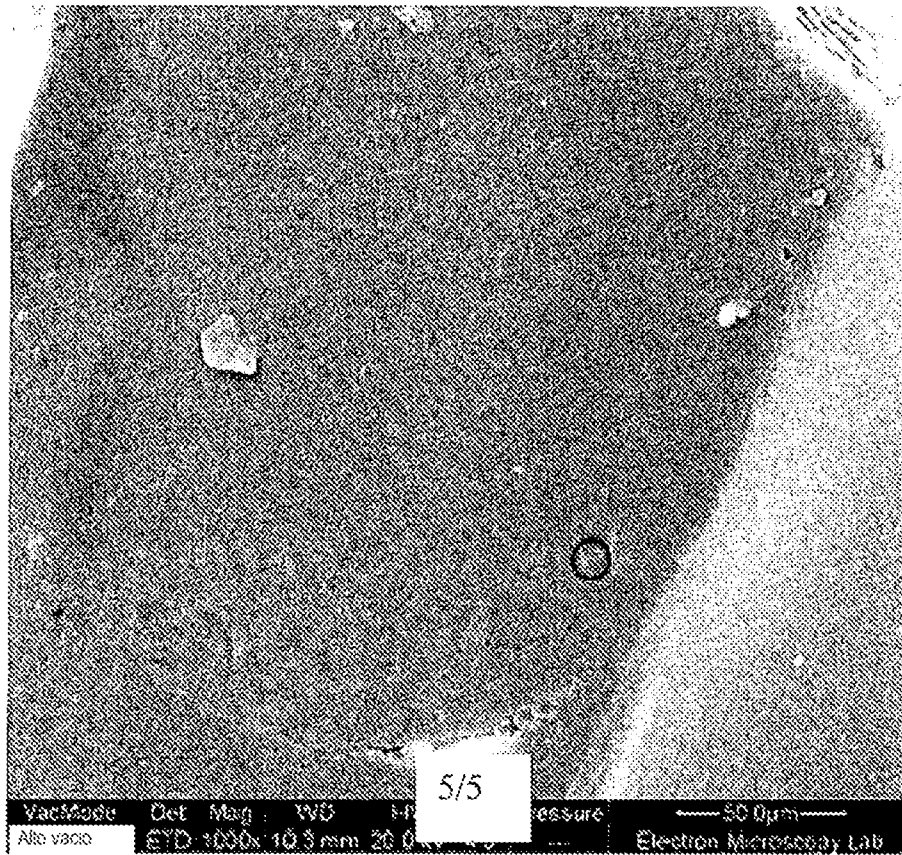


FIG. 5

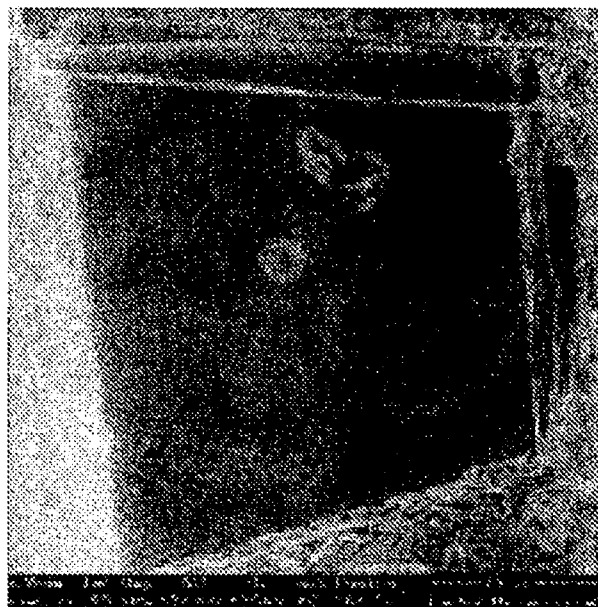


FIG. 6

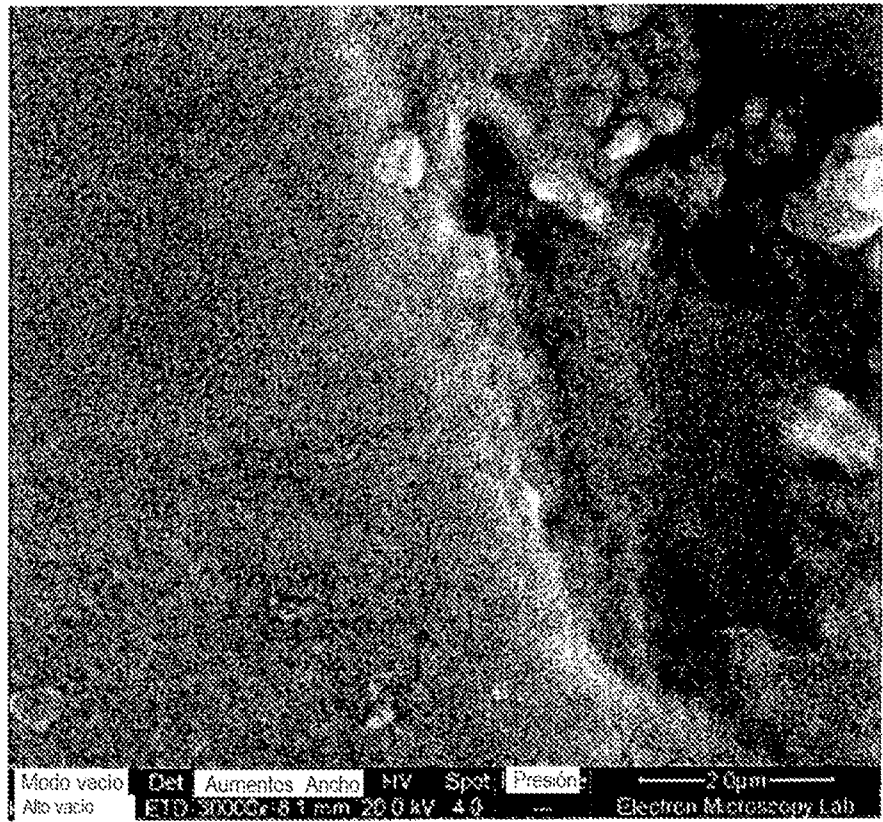


FIG. 7