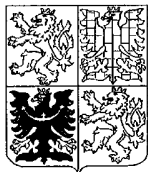


PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **05.12.1997**
(32) Datum podání prioritní přihlášky: **13.12.1996**
(31) Číslo prioritní přihlášky: **1996/9615380**
(33) Země priority: **FR**
(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **15.03.2000**
(Věstník č. 3/2000)
(86) PCT číslo: **PCT/FR97/02224**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO98/26031**

(21) Číslo dokumentu:

1999 - 2118

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:
C 10 M 175/00

(71) Přihlašovatel:
SOCIETE TUNISIENNE DE
LUBRIFIANTS-SOTULUB, Tunis, TN;

(72) Původce:
Boufahja Med Ali, Ras Jabel, TN;
Jaafar Abdelhafidh, Metline, TN;
Meziou Salah, Villejuif, FR;
Ouazzane Achour, Ariana Supérieure, TN;
Dhaouadi Mohamed, Bizerte, TN;

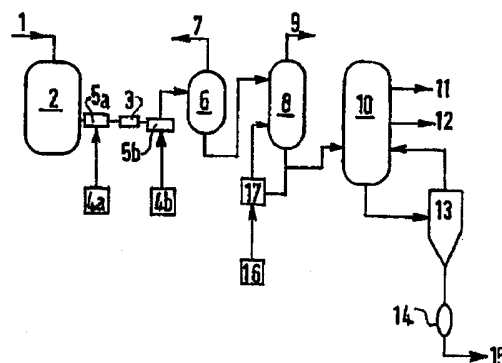
(74) Zástupce:
Hořejš Milan JUDr. Ing., Národní 32, Praha 1,
110 00;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob regenerace mazacích olejů a zařízení k provádění tohoto způsobu

(57) Anotace:

Při způsobu regenerace upotřebených mazacích olejů s nízkým obsahem paliva, mastných kyselin a chlorovaných sloučenin, se upotřebený mazací olej podrobí zpracování, které zahrnuje přidání silné báze nebo silnýchází ve formě vodného roztoku v množství 0,5 až 3 % sušiny báze ve formě vodného roztoku v množství 0,5 až 3 % sušiny báze, vztaženo na hmotnost upotřebeného mazacího oleje, odstranění vody a lehkých uhlovodíků, odstranění a izolaci plynového oleje stripováním a odstranění nečistot. Za stupněm odstranění vody a lehkých uhlovodíků se provede doplňkové přidání silné báze ve formě vodného roztoku v množství 0,1 až 1 % sušiny báze, vztaženo na hmotnost upotřebeného mazacího oleje. Zpracovaný upotřebený olej se zbaví nečistot v něm obsažených destilací. Zařízení k provádění tohoto způsobu zahrnuje zásobník (2) upotřebených mazacích olejů se zahřívacími prostředky (3), zásobník (4) silné báze, směšovací prostředky (5) za nimiž jsou zařazeny prostředky pro doplňkové přidání silné báze a prostředky (10, 13, 14) pro odstranění nečistot.



23.11.99 2418-99

01-1274-99-HO

Způsob regenerace mazacích olejů a zařízení k provádění tohoto způsobu

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu regenerace mazacích olejů a zařízení k provádění tohoto způsobu s vysokou výkonností.

Dosavadní stav techniky

Způsoby regenerace mazacích olejů jsou již známe a v tomto ohledu lze výhodně uvést zejména mezinárodní patentovou přihlášku WO-94/21761. Tento dokument dosavadního stavu techniky popisuje způsob regenerace použitých znečištěných mazacích olejů, při kterém se tyto mazací oleje zpracují v následujících následných stupních:

- a) mazací oleje určené k regeneraci se předeheřejí na teplotu mezi 120 a 250 °C, načež se
- b) k takto přehřátým mazacím olejům přidá silná báze ve formě vodného roztoku v množství 1 až 3 hmotn.% sušiny báze, vztaženo na hmotnost mazacího oleje, načež se
- c) extrahují nečistoty.

Tento dokument dosavadního stavu techniky rovněž popisuje různé formy provedení tohoto způsobu, které jsou obecně uspokojivé. Vzdor tomu existuje stále snaha najít způsob regenerace upotřebených mazacích olejů, které by poskytovaly regenerované mazací oleje s ještě lepší kvalitou.

Cílem tohoto vynálezu je tedy navrhnout takový způsob,

jakož i odpovídající zařízení k provádění tohoto způsobu.

Podstata vynálezu

Za tímto účelem vynález navrhuje způsob regenerace upotřebených mazacích olejů, majících nízký obsah paliva, mastných kyselin a chlorovaných produktů, při kterém se upotřebené mazací oleje podrobí postupnému zpracování v následujících reakčních stupních zahrnujících:

- a) výběr upotřebených olejů schopných podstoupit zpracování,
- b) přidání prvního podílu silné báze ve formě vodného roztoku,
- c) zahřátí získané směsi na teplotu od 120 do 250 °C,
- d) přidání druhého podílu silné báze ve formě vodného roztoku, přičemž první podíl silné báze a druhý podíl silné báze společně představují 0,5 až 3 % sušiny báze, vztaženo na hmotnost upotřebeného mazacího oleje,
- e) hehydrataci a extrakci lehkých uhlovodíků,
- f) extrakci a izolaci plynového oleje (stripování), a
- g) extrakci nečistot,

jehož podstata spočívá v tom, že se za stupněm e) provede doplňující přídavek silné báze ve formě vodného roztoku v množství 0,1 až 1 % sušiny báze, vztaženo na hmotnost mazacího oleje.

V rámci různých forem provedení může vynález zahrnovat také dále uvedené znaky a to jednotlivě nebo ve všech technicky realizovatelných kombinacích:

- doplňující přídavek silné báze se provede v průběhu stupně extrakce a izolace plynového oleje,
- doplňující přídavek silné báze se provede za stupněm

extrakce a izolace plynového oleje,

- za stupněm dehydratace a extrakce lehkých uhlovodíků a stripování plynového oleje se stripovaný olej zbaví nečistot v něm obsažených (residua) za vakua v koloně opatřené systémem pro opětovné uvedení do varu kapalného podílu z paty kolony, načež se zpracuje v oxidačním stupni před doplňujícím přídavkem silné báze, načež se rozdělí frakcionací,

- odstranění nečistot se dosáhne destilací za vakua zajišťující rozdělení jednak na frakce mazacího oleje a jednak na zbytek, ve kterém jsou koncentrovány veškeré nečistoty.

Při prvním podání se množství silné báze přidané ve formě vodného roztoku může pohybovat mezi 0,5 a 3 % sušiny báze, vztaženo na množství upotřebeného mazacího oleje. Tento přídavek může být proveden najednou nebo po částech a za chladu nebo za tepla.

Teplota zahřátí upotřebených olejů určených k regeneraci mezi 120 a 250 °C je teplotou, při které se provede celkový nebo částečný přídavek báze za tepla.

V následující části popisu bude vynález detailněji popsán za použití odkazů na připojené výkresy.

Stručný popis výkresů

Na připojených výkresech:

- obr.1 schematicky znázorňuje způsob a zařízení pro regeneraci upotřebených mazacích olejů podle dosavadního stavu techniky;
- obr.2 schematicky znázorňuje způsob a zařízení pro regeneraci upotřebených mazacích olejů podle první formy provedení vynálezu;

- obr.3 schematicky znázorňuje způsob a zařízení pro regeneraci upotřebených mazacích olejů podle druhé formy provedení vynálezu; a
- obr.4 schematicky znázorňuje způsob a zařízení pro regeneraci upotřebených mazacích olejů podle třetí formy provedení vynálezu;

Schromažděvané upotřebené oleje mohou mít různý původ. Může se například jednat o motorové oleje, oleje pro mazání převodových ústrojí, hydraulické oleje, turbínové oleje a podobné oleje.

Na vstupu do regenerační jednotky je ověřena schopnost olejů podstoupit regenerační zpracování.

Způsob regenerace podle vynálezu je ve skutečnosti zaměřen na odstranění lehkých podílů, jakými jsou benzín, plynový olej a voda a umožňuje také odstranění produktů degradace oleje a jeho přísad, avšak neumožňuje odstranit některé složky, které jsou stejně těžké jako olej samotný a mají odlišné fyzikální vlastnosti. Může se například jednat o palivo, jehož odstranění by bylo možné dosáhnout pouze úplným rafinačním postupem.

Přílišný obsah chloru ve zpracované směsi by zase mohl způsobit předčasné opotřebení regeneračního zařízení.

Schromážděné oleje, které tedy obsahují příliš vysoký obsah paliva, mastných kyselin nebo chloru, jsou na vstupu do regenerační jednotky ze zpracování vyřazeny. Jde obecně o oleje, které neobstojí v testu regenerovatelnosti. Za účelem stanovení koncentrací uvedených různých sloučenin se provádí testy regenerovatelnosti, které jsou velmi dobře známé a běžně používané v oblasti regenerace olejů.

Jde o následující testy regenerovatelnosti:

- "chlor-test" umožňuje stanovit přítomnost chloridů. Měděný drátek ponořený do upotřebeného oleje se potom vloží do plamene; nazelenalé zbarvení oleje indikuje přítomnost chloridů;

- "kapkový test (drop test)" umožňuje stanovit přítomnost paliva; kapka oleje se nanese na chromatografický papír; skvrna mající obvodovou nažloutlou aureolu indikuje přítomnost paliva;
- "fat test" umožňuje stanovit přítomnost mastných kyselin v oleji; 2 ml upotřebeného oleje se zahřívá v přítomnosti pecičky hydroxidu sodného; v případě, že olej po ochlazení ztuhne, znamená to, že jsou přítomné mastné kyseliny;
- stanovení koncentrace polychlorbifenyly (PCB); tento test se provede podle platných směrnic.

Schromážděné upotřebené oleje 1, které úspěšně prošly všemi uvedenými testy, se zavedou do zásobníku 2.

Tyto oleje se promísí buď uvnitř téhož zásobníku 2 nebo v průběhu extrakce za použití klasických prostředků, které nejsou na obrázcích zobrazeny.

Do upotřebených olejů se potom přimísí při okolní teplotě v rozmezí od 10 do 40 °C báze nebo směs bází, která resp. které jsou přechovávány v zásobníku 4a, a to za použití prostředků 5a.

Pomocí zahřívacích prostředků 3 se oleje, přivedené ze zásobníku 2 a případně smíšené s bází, zahřejí na teplotu 120 až 250 °C, výhodně na teplotu 140 až 160 °C.

Do upotřebených takto zahřátých olejů se pomocí prostředků 5b přimísí báze nebo směs bází přechovávaná, resp. přechovávané v zásobníku 5b.

Výhodně se k upotřebeným olejům přidá sušina báze v množství 0,5 až 3 hmotn.%, vztaženo na hmotnost olejů.

Tento obsah sušiny báze a její rozdělené přidání ve dvou zaváděcích místech, z nichž jedno je studené a druhé horké, mohou být přesně určeny v závislosti na kvalitě upotřebených olejů a na povaze použité báze.

Použitou bází je silná báze, kterou je výhodně hydroxid

sodný nebo hydroxid draselný. Rovněž může být použita směs těchto bází.

Upotřebené oleje, které byly zahřáty na uvedenou teplotu a ke kterým byla přidána silná báze, se potom zavádějí do expanzní jednotky 6 pro mžikové oddělení vody a lehkých uhlovodíků mechanismem expanze. V této expanzní jednotce 6 se odpaření vody dosáhne náhlou expanzí směsi olejů do expanzní nádoby.

Uvolněná voda a lehké uhlovodíky se odvádí výstupem 7. Zbylá směs se vede do destilační jednotky 8 za účelem oddělení plynového oleje (stripování). Toto odstranění plynového oleje se provádí destilací v koloně.

Plynový olej 9 se z destilační jednotky 8 odvádí, zatímco zbylá směs se vede do destilační kolony 10, umožňující frakcionaci směsi na frakce mazacích olejů 11 a 12 a oddělení zbytku 15, ve kterém se koncentrují všechny nečistoty.

Mazací oleje mohou být získány v destilační koloně 10 v několika úrovních destilační kolony a to podle požadovaného počtu frakcí.

Bylo dosaženo dobrých výsledků rozdělením olejů jednak na olej 150 Neutral 11 a jednak na olej 400-500 Neutral 12.

Destilační kolonou 10 je tradiční kolona provozovaná za vakua, která umožňuje oddělení zbytků 15, které se vedou do sběrné jímky 14.

Uvedené zbytky 15 jsou potom ze sběrné jímky 14 odváděny a mohou být použity například jako asfalt nebo bitumen pro stavbu silnic. Tyto zbytky mohou být rovněž použity jako palivo.

Spodní část vakuové destilační kolony 10 může být výhodně spojena se separační odparkou 13, která umožňuje zlepšit účinnost destilační kolony 10. Část energie nezbytné pro zvýšení teploty olejů před mžikovým oddělením vody a lehkých uhlovodíků výhodně pochází z rekuperace

energie realizované v úrovni výstupů frakcí mazacích olejů 11 a 12 z destilační kolony 10.

Upotřebené oleje se výhodně zfiltrují při jejich rekuperaci a při jejich výstupu ze zásobníku 2 za účelem odstranění všech pevných částic, které by mohly obsahovat.

Cirkulaci směsi a oddělených produktů v popsaném zařízení zajišťují různá čerpadla, která na obrázcích nejsou zobrazena.

Doplňující přidání roztoku báze se děje v menším rozsahu, než v jakém bylo provedeno počáteční přidání báze před oddělením vody a lehkých uhlovodíků, přičemž toto doplňující přidání báze odpovídá asi přídatku 0,1 až 1 % sušiny báze, vztaženo na hmotnost upotřebených mazacích olejů. Toto doplňující přidání báze může být provedeno v různých místech zařízení, přičemž každé takovéto doplňující přidání báze odpovídá jedné formě provedení vynálezu.

Toto doplňující přidání báze poskytuje způsobu podle vynálezu provozní pružnost, které mu umožňuje přizpůsobit se různým fyzikálně-chemickým požadavkům kladeným na regenerované oleje, a poskytovat tak regenerované oleje, jejichž kvalita odpovídá požadovaným výsledkům.

Tento způsob umožňuje zajistit lepší stabilitu regenerovaných olejů a ztekutit přítomné nečistoty, což zase dovoluje snadnější využití způsobu podle vynálezu.

V rámci první formy provedení způsobu podle vynálezu zobrazené na obr.2 se uvedené doplňující přidání báze provede po odstranění vody a lehkých uhlovodíků. V tomto případě se báze přechováváná v zásobníku 16 přimísí k části recirkulovaného stripovaného oleje pomocí prostředků 17.

Teplota oleje se v tomto místě výhodně pohybuje mezi 270 a 310 °C.

V rámci druhé formy provedení vynálezu zobrazené na obr.3 se doplňující přidání báze provede při dodržení stejných koncentračních a teplotních podmínek, jaké byly

použity v rámci první formy provedení vynálezu, avšak až za oddělením plynového oleje (stripování). Báze přechováváná v zásobníku 18 se přimísí ke stripovanému, opětovně ohřátému oleji, vedenému do destilační kolony 10, pomocí prostředků 19.

V rámci třetí formy provedení vynálezu zobrazené na obr.4 umožňuje separační odparka 13, výhodně filmová separační odparka, připojená k vakuové destilační koloně, odstranit převážnou část nečistot. Získaný olej se potom podrobí urychlené oxidaci v nádrži 22 a to ještě předtím, než se k němu doplňkově přidá báze. K oleji se takto přimísí, a to pomocí směšovače 24, báze přechováváná v zásobníku 23b. Olej se potom frakcionuje v destilační koloně 20.

Teplota oleje při doplňkovém přidání báze se v tomto případě výhodně pohybuje mezi 200 a 300 °C pro případ, kdy se báze přidává ze zásobníku 23b do směšovače 24, umístěného bezprostředně před destilační kolonou 20, přičemž se výhodně pohybuje mezi 120 a 200 °C pro případ, kdy se báze přivádí ze zásobníku 23a přímo do oxidační nádrže 22.

Separací odparkou 13 je výhodně filmová separační odparka (odparka pracující s tenkým filmem odpařované kapaliny). Rovněž je možné použít několik odparek za sebou.

Zbytky 21 jsou v závislosti na účinnosti destilační kolony a podle požadavků kladených na regenerované oleje buď recirkulovány a zaváděny na vstup destilační kolony 10 nebo vedeny do oblasti skladování zbytků, kde jsou ukládány také zbytky 15 pocházející z destilační kolony 10 a ze separační odparky 13.

Použití jedné či druhé z výše uvedených variant týkajících se zbytků 15 závisí na obsahu mazacího oleje ve zbytcích 21 a na požadavcích kladených na kvalitu regenerovaného oleje.

Stabilita barvy regenerovaného oleje 150N je uvedena v dále zařazené tabulce 1. Vzorek 2 byl získán způsobem podle vynálezu provedeného podle jednoho z obr.2 a obr.3. Vzorek 3 byl získán způsobem podle vynálezu provedeným podle obr.4. Tyto vzorky jsou srovnány s vzorkem 1 získaným za použití pouze jednoho místa přídavku báze podle dosavadního stavu techniky.

Analogicky pro regenerovaný olej 400-500N jsou vzorky 5 a 6 získané způsobem podle vynálezu srovnány se vzorkem 4 získaným způsobem podle dosavadního stavu techniky.

Stabilita barvy a vzhledu frakcí oleje získaných způsobem podle vynálezu je lepší než stabilita barvy a vzhledu oleje získaného v rámci dosavadního stavu techniky, což svědčí o vyšší kvalitě olejů získaných způsobem podle vynálezu ve srovnání s oleji regenerovanými postupem podle dosavadního stavu techniky.

Vztahové značky vložené za jednotlivé prvky zařízení podle vynálezu uvedené v nárocích vedených do vynálezecké kategorie "zařízení" slouží pouze pro lepší pochopení podstaty zařízení podle vynálezu a nikterak neomezují rozsah ochrany požadovaný pro toto zařízení.

Oxidační test podle normy IP 306/79

	Jednotka	Norma	1	2	3	4	5	6
Charakter oleje		ASTM	Vz.1	Vz.2	Vz.3	Vz.4	Vz.5	Vz.6

Původní charakteristiky k datu výroby

Barva	-----	D-1500	< 2	< 1,5	< 1,5	< 3	< 2	1,5
-------	-------	--------	-----	-------	-------	-----	-----	-----

Charakteristika před oxidačním testem a po šestiměsíčním průmyslovém skladování

Barva	-----	D-1500	< 3,5	< 2,5	< 1,5	< 3,5	2,5	2
-------	-------	--------	-------	-------	-------	-------	-----	---

Oxidační test podle normy IP 306/79

Barva	-----	D-1500	< 4,5	< 3,5	2,5	< 6	4	< 3,5
S	%	-----	0,1	0,052	0,0094	0,167	0,15	0,087
TOP	%	-----	0,141	0,09	0,041	0,215	0,227	0,183
S/TOP	%	-----	70,92	57,78	22,93	77,67	66,08	47,54

S = celkový sediment

TOP = suma oxidačních produktů

Vzorek 1 = frakce 150 N získaná regenerací podle dosavadního stavu techniky

Vzorek 2 = frakce 150 N získaná regenerací podle vynálezu (obr.2 nebo obr.3)

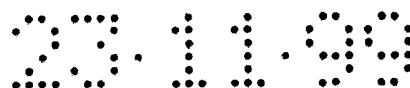
Vzorek 3 = frakce 150 N získaná regenerací podle vynálezu (obr.4)

Vzorek 4 = frakce 400-500 N získaná regenerací podle dosavadního stavu techniky

Vzorek 5 = frakce 400-500 N získaná regenerací podle vynálezu (obr.2 nebo obr.3)

Vzorek 6 = frakce 400-500 N získaná regenerací podle vynálezu (obr.4)

Poznámka: čím je vyšší poměr S/TOP, tím je olej nestabilnější



P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob regenerace upotřebených mazacích olejů, majících nízký obsah paliva, mastných kyselin a chlorovaných produktů, při kterém se upotřebené mazací oleje podrobí postupnému zpracování v následujících reakčních stupních zahrnujících:

- a) výběr upotřebených olejů schopných podstoupit zpracování,
- b) přidání prvního podílu silné báze ve formě vodného roztoku,
- c) zahřátí získané směsi na teplotu od 120 do 250 °C,
- d) přidání druhého podílu silné báze ve formě vodného roztoku, přičemž první podíl silné báze a druhý podíl silné báze společně představují 0,5 až 3 % sušiny báze, vztaženo na hmotnost upotřebeného mazacího oleje,
- e) dehydrataci a extrakci lehkých uhlovodíků,
- f) extrakci a izolaci plynového oleje (stripování), a
- g) extrakci nečistot,

v y z n a č e n ý t í m, že se za stupněm e) provede doplňující přídavek silné báze ve formě vodného roztoku v množství 0,1 až 1 % sušiny báze, vztaženo na hmotnost mazacího oleje.

2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m, že se doplňující přídavek silné báze provede v průběhu stupně extrakce a izolace plynového oleje.

3. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m, že se

doplňující přídavek silné báze provede za stupněm extrakce a izolace plynového oleje.

4. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m, že se za stupněm dehydratace a extrakce lehkých uhlovodíků a stripování plynového oleje zbaví stripovaný olej nečistot v něm obsažených za vakua v koloně, vybavené systémem opětovného uvedení do varu kapalného podílu z paty kolony, načež se zpracuje v oxidačním stupni ještě před doplňkovým přídavkem silné báze a potom se rozdělí frakční destilací.

5. Způsob podle některého z nároků 1 až 4, v y z n a č e - n ý t í m, že se odstranění nečistot dosáhne destilací za vakua zajišťující rozdělení jednak na frakce olejů a jednak na zbytek, ve kterém jsou koncentrovány nečistoty.

6. Zařízení pro regeneraci upotřebených olejů, zahrnující

- zásobník (2) pro přechovávání upotřebených olejů,
- zahřívací prostředky (3) pro zahřátí upotřebených olejů,
- zásobník (4) pro přechovávání silné báze,
- směšovací prostředky (5) pro přimísení silné báze ve stanoveném množství k upotřebeným olejům,
- prostředky (10,13,14) pro odstranění nečistot,

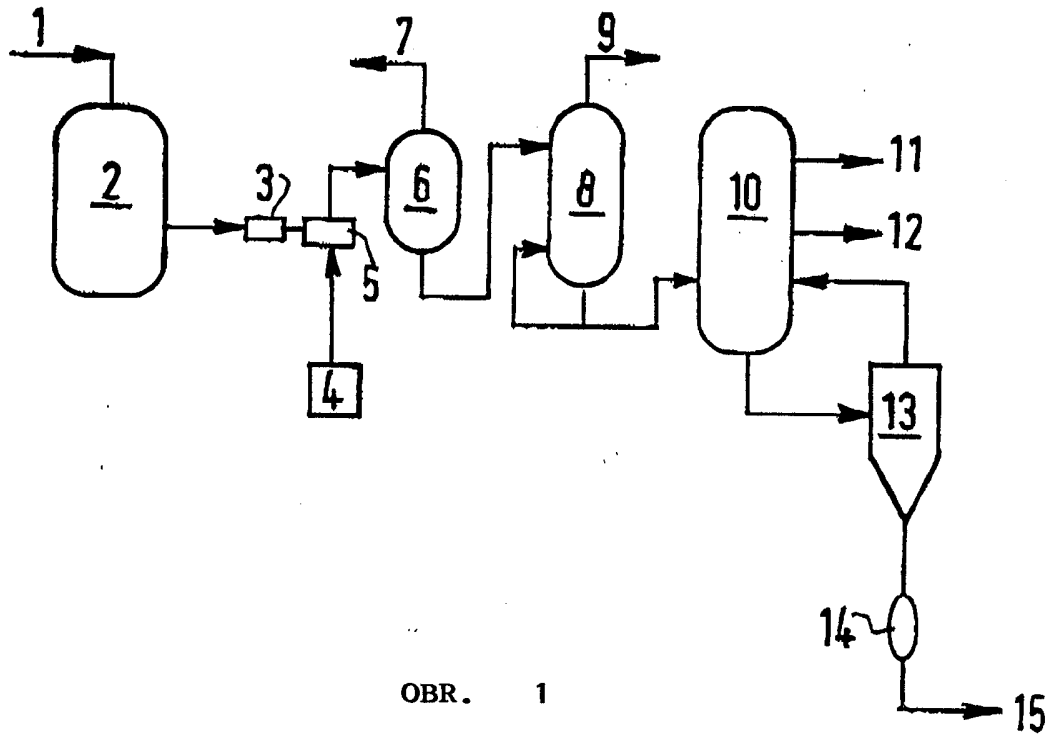
směšovací prostředky (5) pro přimísení silné báze k upotřebeným olejům a prostředky (10,13,14) pro odstranění nečistot, expanzní jednotku (6) pro mžikové odstranění vody expanzí a destilační jednotku (8) pro stripování plynového oleje, přičemž prostředky (10,13,14) pro odstranění nečistot zahrnují vakuovou destilační kolonu (10), jejíž spodní část je spojena s odparkou (13) pro opětovné uvedení do varu kapalného podílu ze spodku destilační kolony (10),

v y z n a č e n é t í m, že obsahuje prostředky pro doplňkové přidání silné báze, nacházející se za směšovacími prostředky (5) pro přimísení silné báze.

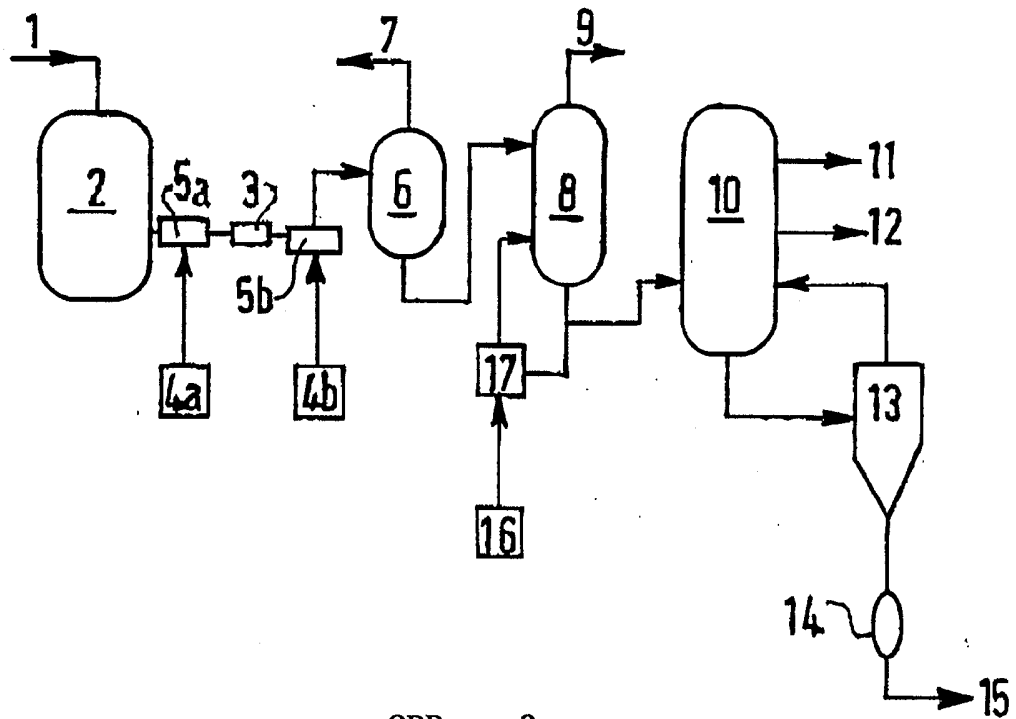
7. Zařízení podle nároku 6, v y z n a č e n é t í m, že obsahuje odparku (13) alespoň umístěnou za destilační jednotkou pro oddělení plynového oleje.

8. Zařízení podle nároku 7, v y z n a č e n é t í m, že odparkou (13) je filmová odparka.

Zastupuje:



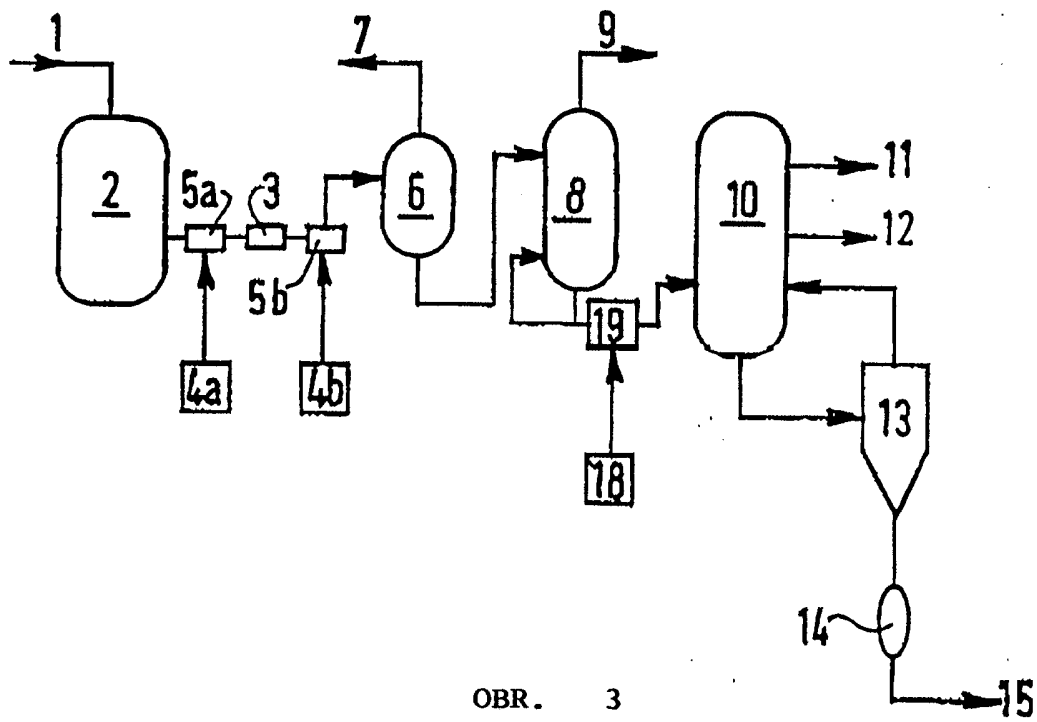
OBR. 1



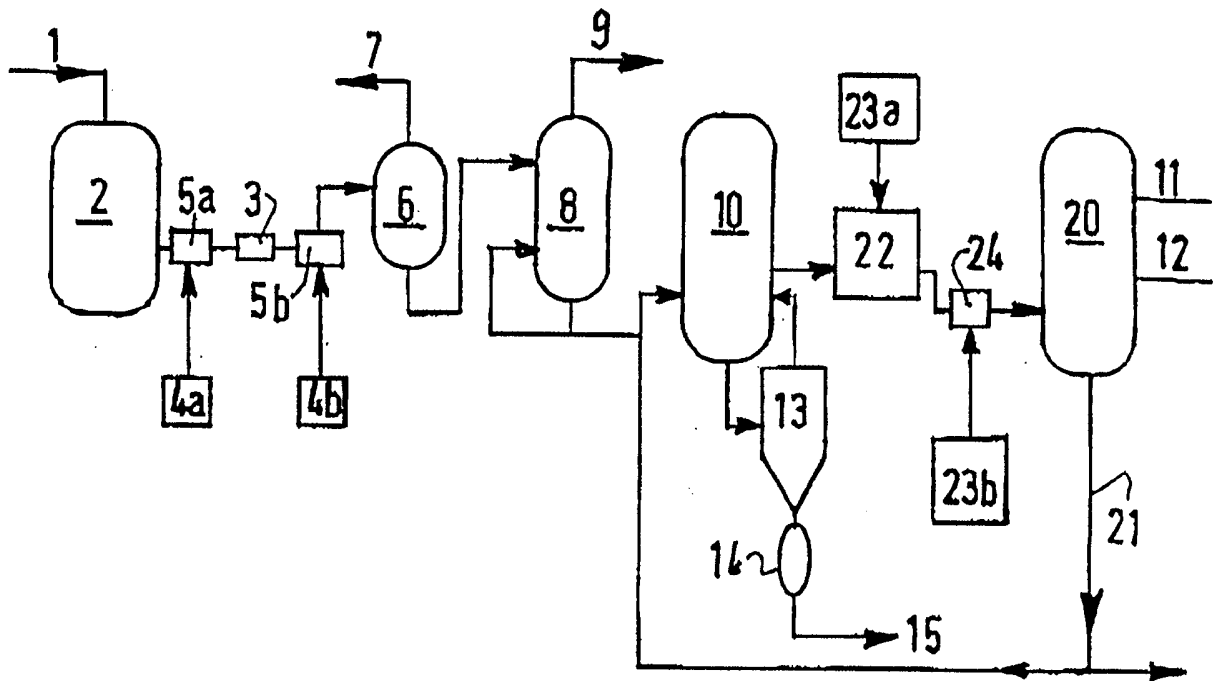
OBR. 2

23.11.99

2118-99



OBR. 3



OBR. 4