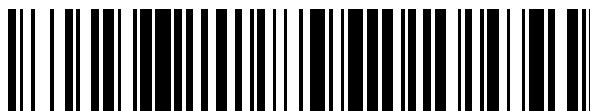


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 909 849**

51 Int. Cl.:

C10G 21/02 (2006.01)

C10G 53/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.04.2011 PCT/ID2011/000001**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.11.2011 WO11145086**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.04.2011 E 11720886 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.03.2022 EP 2571961**

54 Título: **Proceso para producir aceite de proceso con bajo contenido de hidrocarburos poliaromáticos y el producto obtenido**

30 Prioridad:

17.05.2010 ID 20100338

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

10.05.2022

73 Titular/es:

**PT PERTAMINA (PERSERO) (50.0%)
JI. Medan Merdeka Timur 1A, Jakarta Pusat
Jakarta 10110, ID y
PT PURA BARUTAMA (50.0%)**

72 Inventor/es:

**MELIANA, YANA;
SUPRIYANTINI, NUNIK;
TUNDANG, JOSEPH y
SUDIYATMOKO, BAMBANG**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 909 849 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

Proceso para producir aceite de proceso con bajo contenido de hidrocarburos poliaromáticos y el producto obtenido

5 **Campo de la invención**

Esta invención se refiere a un proceso para producir aceite de proceso por medio de reextracción de extracto aromático destilado (DAE) en el procesamiento de aceite lubricante. Más específicamente, la presente invención se refiere a un proceso de extracción líquido-líquido de alimentación de DAE que dio como resultado extracto aromático destilado tratado (TDAE) que tiene bajo contenido de hidrocarburo poliaromático (PAH) y contenido de compuesto aromático policíclico (PCA) entre el 3 % - 20 % en peso.

Antecedentes de la invención

15 La demanda mundial de aceite de proceso se estima alrededor de 1.000.000 toneladas por año, incluyendo el europeo que consumió aproximadamente 250.000 toneladas. Este aceite de proceso consiste en diversos tipos, tales como DAE, extracto aromático residual (RAE), solvato de extracción suave (MES) y aceite nafténico.

20 En el último desarrollo de la utilización del aceite de proceso en la industria del caucho, existe un esfuerzo por parte de la Comisión Europea para restringir el uso de aceite de proceso ya que se clasifica como sustancia cancerígena. La Comisión Europea ha publicado la orden de restricción 2005/69/EC (Legislación Europea) sobre el nivel de compuesto cancerígeno en el aceite de proceso que consiste en ocho tipos de hidrocarburos poliaromáticos (8 PAH de Grimmer) con una cantidad inferior a 10 mg/kg, en donde uno de ellos es benzo(a)pireno (BaP) con una cantidad inferior a 1 mg/kg. El límite de los 8 PAH de Grimmer se supone equivalente al contenido de compuesto aromático policíclico (PCA) inferior al 3 % en peso. Esta regulación es efectiva el 1 de enero de 2010. Las ocho (8) sustancias de PAH se refieren a benzo(a)pireno (BaP), benzo(e)pireno (BeP), benzo(a)antraceno (BaA), criseno (CHR), benzo(b)fluoranteno (BbFA), benzo(j)fluoranteno (BjFA), benzo(k)fluoranteno (Bk-FA) y dibenzo(a,h)antraceno (DBA_hA). La medición del contenido de los 8 PAH de Grimmer se puede realizar por medio del método de dilución de isótopos de espectrómetro de masas con cromatografía de gases (GCMS-SIM), mientras que el contenido de PCA se puede analizar gravimétricamente según el método IP-346.

35 Los desafíos que pueden surgir como consecuencia de la Legislación Europea mencionada anteriormente es que las industrias del caucho necesitan realizar el ajuste en el curso de su producción, tal como cambiar el DAE resultante en productos alternativos como TDAE, extracto aromático residual tratado (TRA_E), MES y aceite nafténico. Este ajuste provocará costes de producción adicionales que varían dependiendo del tipo de aceite de proceso alternativo que se produzca. El coste de producción adicional más bajo puede obtenerse cuando se elige el tipo TDAE de aceite de proceso.

40 Se han realizado muchos esfuerzos para producir aceite de proceso alternativo, especialmente utilizando el método de extracción líquido-líquido para producir TDAE con el objetivo de reducir el nivel de compuesto de PCA hasta menos del 3 % en peso. En la presente invención, el método de análisis IP-346 solo puede medir la cantidad de compuesto de PCA como un grupo de compuesto aromático, aunque se debe analizar también el grupo de compuesto de PAH que está contenido en el grupo de compuesto aromático (PCA).

45 Una de las consideraciones importantes publicadas en la Comisión Europea 2005/69/EC (Legislación Europea) confirmó la restricción de que el nivel de los 8 PAH de Grimmer especialmente benzo(a)pireno (BaP) con cantidad que excede el límite permitido se considerará como carcinogénico, mutagénico y tóxico, y, por lo tanto, se prohibirá producirlo y distribuirlo dentro del área de la Legislación Europea. La presencia de PAH se puede detectar cualitativa y cuantitativamente usando benzo(a)pireno (BaP) como marcador. El método comúnmente conocido para medir el compuesto carcinogénico y mutagénico es el método ASTM E 1687-98 (método de prueba Ames para determinar el potencial carcinogénico de los aceites de base virgen en fluidos de labrado de metales) y también la prueba Ames basada en las directrices de OECD para Someter a prueba productos químicos n.º 471 (1997). En el método de la presente invención de la prueba AMES que usa *Salmonella typhimurium* TA 1535 como microorganismo que es muy sensible a los compuestos mutagénicos.

55 En esta invención, se ha aplicado un espectrómetro de masas acoplado a cromatografía de gases (CGEM) basado en métodos de dilución de isótopos para analizar y calcular el PAH contenido en la alimentación de DAE y productos de TDAE.

60 El método anterior se refiere a la producción de aceite de proceso que está íntimamente relacionada con la presente invención, es el del documento EP 0417980A1. En este documento de patente europea, la alimentación que se usa es un extracto con un valor de viscosidad cinemática a temperatura de 100 °C que se limita a un valor de 30,5 cSt, mientras que en la presente invención es más flexible ya que la alimentación de extracto que se usa tiene valores de viscosidad cinemática a temperatura de 100 °C que oscilan desde 5 hasta 100 cSt, preferiblemente entre 10 y 80 cSt, y más preferiblemente 15 - 70 cSt. Todavía en el documento de patente EP 0417980A1 se encuentra que el método de procesamiento que se usa es altamente complicado, por ejemplo, requiere un control muy estricto sobre el sistema

de temperatura y la aparición de flujo de pseudo-refinado. Ambas de estas condiciones necesitan equipos y energía especiales, mientras que en la presente invención el diluyente usado puede simplificar el flujo de proceso, de modo que elimine el flujo de pseudo-refinado que se produce en la patente europea EP 0417980A1. Este documento de patente europea describe que el control estricto de la temperatura en la columna de extracción oscila desde 50 hasta 90 °C en la parte superior de la columna y desde 20 hasta 60 °C en la parte inferior de la columna. Este caso no sucede en la presente invención ya que la temperatura se controla isotérmicamente en la totalidad de la columna de extracción a 22 - 35 °C (temperatura ambiente) de modo que los gastos de procesamiento se vuelven más baratos que los de la patente europea EP 0417980A1. En el primer método relacionado que se menciona en el documento de patente estadounidense US 6.802.960 B1 se afirma que el componente del contenido de compuestos aromáticos en el segundo producto de extracto es como mínimo del 20 % en peso, mientras que en la presente invención el componente del compuesto aromático es mayor del 25 % en peso, incluso puede alcanzar como máximo del 30 al 37 % en peso.

El documento WO 89/44075 describe un proceso para reducir el índice de mutagenicidad y/o el contenido de PCA de un extracto de aceite lubricante mediante la reextracción selectiva de un extracto de aceite lubricante con un segundo disolvente de extracción, diferente del primer disolvente de extracción y, en particular, que tiene una constante dieléctrica más alta que el primer disolvente de extracción.

El documento EP 0950703 se refiere a un método para producir aceite de procesamiento que contiene hidrocarburos aromáticos policíclicos en una cantidad inferior al 3 %.

El documento US 5.853.569 se refiere al método para producir un aceite de proceso en el que una alimentación rica en compuestos nafténicos se enriquece con un aceite de extracto aromático y la alimentación enriquecida se somete entonces a una extracción con disolvente para proporcionar el aceite de proceso.

El documento WO 01/77257 describe un proceso para preparar aceite de proceso con un contenido de compuestos aromáticos superior al 50 % en peso y un compuesto aromático policíclico (PCA) inferior al 3 % poniendo en contacto una mezcla de alimentación de una fracción de petróleo que hierve en el intervalo de aceite lubricante y una fracción de hidrocarburo rica en compuestos aromáticos con un disolvente polar en una columna de extracción líquido-líquido a contracorriente, en donde el aceite de proceso se obtiene retirando el disolvente polar del producto superior y se obtiene un extracto retirando el disolvente polar del producto inferior.

El documento US 2009/0020453 describe un aceite de proceso obtenido mezclando un disolvente extraído y un aceite base lubricante con un contenido de compuesto aromático policíclico (PCA) inferior al 3 % en masa y un contenido de hidrocarburos aromáticos inferior al 25 % en peso.

La publicación Hoseini *et al.* ("Extraction of aromatic hydrocarbons from lube oil using n-hexane as a co-solvent", S.M. Fakhr Hoseini, T. Tavakkoli, M.S. Hatamipour; Separation and Purification technology 66 (2009) 167-170) describe el uso de n-hexano como codisolvente para la extracción de compuestos aromáticos del aceite lubricante, por lo que la selectividad del furfural hacia los compuestos aromáticos en la extracción de compuestos aromáticos aumenta de modo que se eliminan tantos compuestos aromáticos como sea posible del aceite con respecto al disolvente. Esto da como resultado un aceite que tiene bajo contenido de compuestos aromáticos.

El documento RU 2313652 se refiere a un método para preparar un aceite (plastificante) que tiene un alto contenido de hidrocarburos aromáticos y un bajo contenido de carcinógenos, mutágenos y sustancias tóxicas a través de un proceso de extracción con disolvente de una alimentación de extracto.

El documento US 6.103.808 se refiere a un aceite con alto contenido de compuestos aromáticos que contiene compuestos aromáticos policíclicos (PCA) inferior al 3 % en peso.

El documento EP 0933418 describe un aceite de proceso de caucho que es rico en hidrocarburos aromáticos, mientras que el contenido de compuestos aromáticos policíclicos es inferior al 3 % en masa.

Obsérvese que la referencia utilizada en la producción de TDAE de las técnicas anteriores es un compuesto de PCA con un contenido máximo del 3 % en peso, mientras que en la presente invención el esfuerzo por cumplir el requisito de los 8 PAH de Grimmer en el nivel de PCA inferior al 3 % y en el nivel de PCA oscila desde el 3 % hasta el 20 % en peso es más preferido.

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para producir un extracto aromático destilado tratado (TDAE-2) que consiste en las siguientes etapas:

a) producir una alimentación de extracto aromático destilado (DAE) mezclando DAE-1, DAE-2 y DAE-3 o dos de los tres tipos diferentes de DAE para obtener una alimentación de DAE que tiene una viscosidad cinemática a 100 °C que oscila desde 24 hasta 67 cSt con una densidad que oscila desde 0,98 hasta 1,20 kg/l, en el que la fórmula de mezclado

se determina basándose en las viscosidades cinemáticas a 100 °C de cada uno de DAE-1, DAE-2 y DAE-3, respectivamente, en el que el mezclado se lleva a cabo en línea o fuera de línea y se completa con agitación en un recipiente;

5 b) mezclar la alimentación de DAE obtenida en la etapa a anterior con un diluyente de manera en línea o fuera de línea para producir la densidad de la mezcla de alimentación de DAE en el intervalo de 0,75 - 0,85 kg/litro, en el que el diluyente se selecciona de n-pentano, isopentano, n-hexano, n-heptano, n-octano e isooctano;

10 c) dirigir el flujo de mezcla de alimentación de DAE en la etapa b anterior al extractor que tiene una temperatura isotérmica, en el intervalo de 22 °C - 35 °C;

d) poner en contacto el flujo de mezcla de alimentación de DAE en la etapa c anterior con determinados disolventes, tal como furfural, NMP y DMSO de modo que un proceso de extracción líquido-líquido con técnica de contracorriente tenga lugar a una temperatura isotérmica, en el intervalo de 22 °C - 35 °C,

15 en el que la velocidad de rotación de agitación oscila entre 75 - 100 r. p. m. y la relación de disolvente polar con respecto a la mezcla de alimentación de DAE oscila desde 0,5 hasta 1,7;

20 e) ajustar el proceso de separación de capas de interfase en el extractor de modo que den lugar a una mezcla de refinado y mezcla de extracto a través de un equipo de control colocado en la parte inferior de la columna;

25 f) dirigir el flujo de la mezcla de refinado obtenida en la etapa e a una unidad de recuperación de disolvente para separar el disolvente y el diluyente de la mezcla de refinado para producir un producto que contiene compuesto aromático policíclico (PCA) entre el 3 % - 20 % en peso y la suma de ocho tipos de hidrocarburos poliaromáticos (8 PHA de Grimmer) inferior a 10 mg/kg, benzo(a)pireno (BaP) inferior a 1 mg/kg y que tiene una viscosidad cinemática a 100 °C medida por ASTM D445-06 por encima de 16 cSt, un contenido de compuestos aromáticos en el intervalo de 25 %-38 % en peso calculado basándose en ASTM D2140-97, un peso específico a 15,6 °C en el intervalo de 0,966-0,988, un punto de anilina en el intervalo de 43,0-75,0 °C y un índice de refracción de 20 °C en el intervalo de 1,5379-1,5546 y

30 en el que los 8 PAH de Grimmer se refieren a las sustancias benzo(a)pireno, benzo(e)pireno, benzo(a)antraceno, criseno, benzo(b)fluoranteno, benzo(j)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno y dibenzo(a,h)antraceno y el contenido de los 8 PAH de Grimmer se mide por medio del método de dilución de isótopos de espectrómetro de masas con cromatografía de gases (GCMS-SIM) y el contenido de PCA se analiza gravimétricamente según el método IP-346;

35 g) dirigir el flujo de mezcla de extracto obtenido en la etapa e. a una unidad de recuperación de disolvente para separar el disolvente de la mezcla de extracto para producir un producto final con extracto de alta concentración de compuestos aromáticos (HACE); y

40 h) recoger el disolvente y el diluyente separados en la etapa f. y el disolvente separado en la etapa g., respectivamente, en un recipiente para su reutilización en el siguiente proceso de extracción.

45 Además, según una realización preferida del proceso de la presente invención, la temperatura de condiciones de funcionamiento aplicadas en la etapa b oscilan entre 20 °C - 70 °C, y la relación de diluyentes con respecto a la alimentación de DAE oscila entre 0,3-3,0, más preferiblemente en 1,0 de modo que la densidad de la mezcla resultante de la alimentación de DAE oscila entre 0,75-0,85 kg/litro.

50 Un objeto adicional de la presente invención es un producto de TDAE-2 obtenido mediante un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-2 que tiene PCA entre el 3 % - 20 % en peso y 8 PAH de Grimmer inferior a 10 mg/kg y BaP inferior a 1 mg/kg y que tiene una viscosidad cinemática a 100 °C (ASTM D445-06) por encima de 16 cSt, un contenido de compuestos aromáticos en el intervalo del 25 %-38 % en peso calculado basándose en ASTM D2140-97, un peso específico a 15,6 °C en el intervalo de 0,966-0,988, un punto de anilina en el intervalo de 43,0-75,0 °C y un índice de refracción de 20 °C en el intervalo de 1,5379-1,5546 y en donde los 8 PAH de Grimmer se refieren a las sustancias benzo(a)pireno, benzo(e)pireno, benzo(a)antraceno, criseno, benzo(b)fluoranteno, benzo(j)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno y dibenzo(a,h)antraceno y el contenido de los 8 PAH de Grimmer se mide por medio del método de dilución de isótopos de espectrómetro de masas con cromatografía de gases (GCMS-SIM), y el contenido de PCA se analiza gravimétricamente según el método IP-346.

60 En la realización de esta invención, las alimentaciones iniciales, es decir, DAE-1, DAE-2 y DAE-3, se procesan en alimentaciones de DAE que consisten en mezclar dos alimentaciones de DAE o tres alimentaciones de DAE a la vez. La determinación del componente de la fórmula de alimentación de DAE se define basándose en la viscosidad cinemática a una temperatura de 100 °C de los tres DAE, es decir, DAE-1: 14 - 17 cSt, DAE-2: 19 - 35 cSt y DAE-3: 52 - 67 cSt, respectivamente. El mezclado de estos tres tipos de DAE producirá la alimentación de DAE que tiene viscosidad cinemática a una temperatura de 100 °C tan alta como 24 - 57 cSt con densidad 0,99 - 1,20 kg/litro.

65 Esta presente invención describe un proceso de producción de TDAE realizado a través de las etapas tal como sigue;

mezclar la alimentación de DAE obtenida del proceso de mezclado anterior con un diluyente en línea o fuera de línea para dar lugar al flujo de mezcla de alimentación de DAE a una densidad de 0,75 - 0,85 kg/litro; guiar la dirección de flujo de la mezcla de alimentación de DAE hacia los extractores que tienen condiciones de temperatura isotérmica; poner en contacto el flujo de alimentación con cierto disolvente, tal como furfural, N-metil pirrolidona (NMP), y dimetilsulfóxido (DMSO) para llevar a cabo una extracción líquido-líquido a contracorriente a la temperatura isotérmica apropiada, es decir, desde 22 hasta 35 °C.

En la columna de extracción hay un proceso de separación entre la mezcla de refinado y la mezcla de extracto donde las capas de interfase de ambas mezclas se pueden disponer a través de un equipo de control colocado en la sección inferior de la columna. El tiempo de retención de la alimentación en la columna para formar una mezcla de refinado oscila desde 5 minutos hasta 30 minutos. El flujo de mezcla de refinado se guía a una unidad de recuperación de disolvente para disociar los componentes del disolvente, como furfural, NMP y DMSO y diluyente de la mezcla de refinado para producir el producto final denominado TDAE. En la presente invención, el tipo resultante de TDAE (TDAE-2) contiene PAH inferior a 10 mg/kg y BaP inferior a 1 mg/kg y contiene PCA del 3 % - 20 % en peso. Además, se describe un tipo de TDAE-1 que contiene PCA inferior al 3 % en peso.

El flujo de mezcla de extracto que todavía es rico en disolvente polar se separa del disolvente para sacar extracto que tiene un contenido en compuestos aromáticos muy alto denominado extracto con alto contenido de compuestos aromáticos (HACE), recogiendo componentes de disolvente, como furfural, NMP y DMSO y diluyente que se ha separado en un recipiente particular para usarse en el siguiente proceso de extracción.

Breve resumen de la figura

El siguiente dibujo forma parte de la presente memoria descriptiva y se incluye para demostrar adicionalmente determinados aspectos de la presente invención. La invención puede entenderse mejor por referencia a este dibujo en combinación con la descripción detallada de realizaciones específicas presentadas en el presente documento.

La figura 1 es el diagrama de flujo del proceso en la combinación de alimentación de DAE, mezcla de alimentación de DAE y producciones de TDAE-1 y TDAE-2.

Descripción detallada de la invención

Aunque la presente invención se describe en relación a las realizaciones que se ilustran a continuación en el presente documento, así como el dibujo adjunto, debe entenderse que no se pretende que representen la única forma de la invención con respecto a los detalles del proceso y el modo de funcionamiento.

La figura 1 explica el diagrama de flujo de la producción de TDAE-1 y TDAE-2. Los flujos (1, 2, y 3) ilustran el proceso de mezclado de uno, dos o tres tipos de DAE para producir la alimentación de DAE (4). El proceso de mezclado se realiza con la viscosidad cinemática deseada, a una temperatura de 100 °C, es decir, 24 - 67 cSt y densidad 0,98 - 1,20 kg/litro. Las determinaciones de fórmula se basan en las viscosidades cinemáticas a una temperatura de 100 °C para cada componente de DAE-1, DAE-2 y DAE-3, respectivamente. El proceso de mezclado se realiza en línea o fuera de línea y se completa con agitación en un recipiente. Después de que las alimentaciones de DAE estén disponibles, el proceso continuó con la preparación de la mezcla de alimentación de DAE (6) disolviendo diluyentes (5) en el flujo de mezcla de alimentación de DAE para producir la densidad de la mezcla de alimentación de DAE de 0,75 - 0,85 kg/litro y se guio adicionalmente al extractor (7). Al mismo tiempo, el flujo de disolvente polar (8) se pone en contacto con la mezcla de alimentación de DAE (6) con el método de contracorriente de modo que forme una mezcla separada de fase de refinado (9) y mezcla de fase de extracto (12). La mezcla de la fase de refinado y la mezcla de la fase de extracto se guían entonces a la unidad de recuperación (10 y 13), respectivamente, para producir los productos de TDAE-1 y TDAE-2 y HACE (14), al mismo tiempo recuperando todo el disolvente y los diluyentes para la reutilización continua.

El proceso para la producción de TDAE-2 en la presente invención se inicia con la preparación de la alimentación de DAE mezclando los componentes de DAE-1, DAE-2 y DAE-3; o usando un único tipo de DAE. El modo de mezclado se puede aplicar a dos o tres tipos del DAE. La determinación de la fórmula se basa en las viscosidades cinemáticas a una temperatura de 100 °C para cada componente de DAE-1, DAE-2 y DAE-3 de modo que producen alimentación de DAE con la viscosidad cinemática a 100 °C entre 24 y 67 con una densidad de 0,98 - 1,20 kg/litro. El proceso de mezclado se realiza en línea o fuera de línea y se completa con su agitación en un recipiente. En una realización preferida, la relación de mezclado de DAE-1, DAE-2, DAE-3 oscila entre el 25 % - 35 %, 14 % - 35 % y 41 % - 51 %, respectivamente.

El siguiente proceso es mezclar la alimentación de DAE y el diluyente de compuesto de alcano/parafina que tienen un intervalo de cadena de átomos de carbono C5 - C8. La relación del mezclado entre el diluyente y la alimentación de DAE es de 0,3 - 3,0, preferiblemente en 1,0. Esto se hace usando un equipo que puede controlar y que dispone la cantidad de flujo de diluyente en el flujo de alimentación de DAE, de modo que se produzca una mezcla de alimentación de DAE con una densidad desde 0,75 hasta 0,80 kg/litro. Según la invención, los diluyentes usados en la etapa de proceso b) son compuestos de alcano que no tienen doble enlace (saturados) con la cadena de carbono C5-C8 y se

seleccionan de n-pentano, isopentano, n-hexano, n-heptano, n-octano e isooctano.

Este flujo de mezcla de alimentación de DAE se convierte entonces en la siguiente alimentación en el proceso de extracción líquido-líquido en el extractor (7). Únicamente, este extractor consiste en algunos compartimentos, en el que cada compartimento está provisto de un disco estático y un agitador de turbina que es giratorio según la condición de funcionamiento deseada. El agitador de turbina funciona para dispersar cada flujo para convertirse en gotitas de modo que pueda tener lugar un proceso de extracción perfecto a una diferencia de densidad mínima de 0,05 kg/litro.

El proceso de extracción de la mezcla de alimentación de DAE en el extractor se lleva a cabo usando un disolvente determinado, tal como furfural, NMP y DMSO como disolvente polar. La condición de funcionamiento se dispone de tal manera que la temperatura isotérmica en la parte superior y parte inferior del extractor esté a 22-35 °C, con velocidad de rotación del agitador 75 - 100 r. p. m., y las relaciones del disolvente determinado tal como furfural, NMP y DMSO y la alimentación de mezcla de DAE oscilan entre 0,5 - 2,0. Se describe que con la relación de disolvente polar con respecto a la alimentación de mezcla de DAE en el intervalo de 1,7 - 2,0 se producirá un TDAE-1 que contiene PAH inferior a 10 mg/kg y BaP inferior a 1 mg/kg con PCA inferior al 3% en peso. Según la invención, cuando la relación de disolvente polar con respecto a la alimentación de mezcla de DAE oscila entre 0,5 - 1,7 se producirá un TDAE-2 que contiene PAH inferior a 10 mg/kg y BaP inferior a 1 mg/kg con PCA inferior a entre el 3 % - 20 % en peso.

El proceso de extracción requiere un tiempo de 15-30 minutos para la retención de la mezcla de alimentación de DAE de modo que se formen las capas de mezcla de refinado y mezcla de extracto. Durante este proceso no está presente pseudo-refinado de tal manera que se produzca en los otros procesos de extracción regulares.

La capa de interfase de las dos mezclas (mezcla de refinado y mezcla de extracto) se puede establecer a través de un equipo de control dispuesto en la porción inferior del extractor. La colocación del equipo en la parte inferior es para evitar que el flujo de extracto indeseable (arrastre) entre en el flujo de refinado, lo que puede reducir la calidad del refinado.

La mezcla de refinado se conduce a la unidad de recuperación de disolvente para la separación del refinado de sus determinados componentes de disolvente, como furfural, NMP y DMSO y diluyente.

A partir de este proceso, se producirá un producto final, es decir, TDAE-2, que tiene las viscosidades cinemáticas a una temperatura de 100 °C (ASTM D445-06) por encima de 16 cSt, el componente aromático analizado usando el método de ASTM D 2140-97 oscila entre el 25-38 % en peso, peso específico a 15,6 °C oscila entre 0,966 - 0,988, el punto de anilina oscila entre 43,0 - 75,0 °C, el índice de refracción a 20 °C oscila entre 1,5379 - 1,5546. Según una realización preferida, del proceso se obtiene un producto de TDAE-2 que contiene compuesto aromático en el intervalo del 31-37 % en peso y que tiene una viscosidad cinemática a 100 °C que oscila entre 19-32 cSt. Además, del proceso se obtiene preferiblemente un producto de TDAE-2 con un rendimiento del 50 % al 70 % en peso.

La mezcla de extracto se conduce a la unidad de recuperación para el proceso de separación del extracto de su determinado componente de disolvente, como furfural, NMP y DMSO. A partir de este proceso se obtendrá un producto final, es decir, HACE.

El flujo de determinados disolventes, como furfural, NMP y DMSO y el diluyente de la unidad de recuperación de disolvente se recogen en un decantador particular (recipiente) que en adelante lleva a cabo el proceso de separación entre el diluyente y el determinado disolvente, como furfural, NMP y DMSO. Ambos flujos se devuelven al proceso de extracción que se ejecuta continuamente.

El TDAE-1 y el TDAE-2 que se producen se utilizarán como aceite de proceso en la fabricación de neumáticos y en la tinta de impresión que reemplaza al DAE que se eliminará totalmente de su aplicación debido a sus malos efectos para la salud debido al contenido de sustancias carcinógenas.

<<Ejemplos>>

< Ejemplo 1: Preparación de alimentación de DAE>

El extracto de DAE-1, DAE-2 y DAE-3 se preparan según sus propiedades tal como puede observarse en la tabla 1, respectivamente. El proceso de mezclado de los dos o tres DAE se realiza con la viscosidad cinemática deseada, es decir, a una temperatura de 100 °C, es de 24 a 60 cSt. La determinación de la fórmula se basa en las viscosidades cinemáticas de cada componente de DAE-1, DAE-2 y DAE-3, respectivamente, de modo que puedan producir lo deseado. El proceso de mezclado de alimentación de DAE se realiza en línea o fuera de línea y se completa con su agitación en un recipiente.

Tabla 1. Las propiedades de la alimentación de DAE

Parámetro	DAE-1	DAE-2	DAE-3
Índice de refracción a 70 °C	1,4585 – 1,4640	1,488 – 1,489	1,476 – 1,481
Peso específico a 70 °C	0,8200 – 0,8235	0,8600 – 0,8700	0,770 – 0,9000
Punto de inflamación, °C	Mínimo 240	Mínimo 240	Mínimo 240
Viscosidad cinemática a 100 °C	14-17	19-35	52-95
Viscosidad cinemática a 60 °C	17,3-20	-	-
Viscosidad cinemática a 40 °C	449	2555	11664
Contenido de furfural, mg/kg	Máximo 100	Máximo 100	Máximo 100

Tabla 2. El análisis físico de alimentaciones de DAE.

Parámetro	Resultado de la prueba de alimentación de DAE		
	Alimentación de DAE 1	Alimentación de DAE 2	Alimentación de DAE 3
Peso específico API	4,43	-	-
Punto de anilina, °C	31,8	-	-
Color ASTM	2,0	-	-
Densidad a 15,6 °C, kg/m ³	1,040	-	-
Punto de inflamación, °C	243	-	-
Punto de fluidez, °C	15	-	-

5

Tabla 2. El análisis físico de alimentaciones de DAE - continuación

Parámetro	Resultado de la prueba de alimentación		
	Alimentación de DAE 1	Alimentación de DAE 2	Alimentación de DAE 3
Índice de refracción a 20 °C	1,5988	-	-
Intercepción refractiva	1,0802	-	-
Peso específico a 15,6 °C	1,0410	-	-
Constante de gravedad-viscosidad	0,9989	-	-
Viscosidad cinemática a 100 °C, cSt	32,35	22,68	32,57
Viscosidad Saybolt a 98,9 °C, SUS	160,6	-	-
Azufre, % en peso	-	-	5,37
Tipo de átomo de carbono C _A , % en peso	-	48,0	49,0
C _N , % en peso	-	21,0	18,0
C _P , % en peso	-	31,0	33,0
PCA, % en peso	28,8	25,9	26,2

10

Tabla 3. La composición de alimentaciones de DAE de hidrocarburos poliaromáticos.

Unidad	Σ EC	Alimentación de DAE 1 (mg/kg) ***	Alimentación de DAE 2 (mg/kg)
Fenantreno		4,410	6,263
Antraceno		<0,001	0,060
Fluoranteno		0,226	0,303
Pireno		1,960	3,075
Benzo(b)nafto(2,1-d)tiofeno		51,128	74,846
Benzo(g,h,i)fluoranteno		1,042	1,661
Benzo(c)fenantreno		0,918	1,458
Benzo(a)antraceno	✓	1,724	2,345
Ciclopenta(c,d)pireno		<0,001	<0,001
Tripenileno/criseno		34,376	44,763
Criseno	✓	12,186	15,577
Benzo(b)fluoranteno	✓	18,500	20,668
Benzo(j)fluoranteno	✓	1,482	2,577

15 Tabla 3. La composición de alimentaciones de DAE de hidrocarburos poliaromáticos – continuación

ES 2 909 849 T3

Unidad	Σ EC	Alimentación de DAE 1 (mg/kg) ***	Alimentación de DAE 2 (mg/kg)
Benzo(k)fluoranteno	✓	2,764	3,321
Benzo(b+j+k)fluoranteno		22,746	26,566
Benzo(e)pireno	✓	64,848	66,933
Benzo(a)pireno	✓	4,058	4,658
Perileno		0,994	3,321
Indeno(1,2,3-cd)pireno		1,100	1,347
Dibenzo(a,h)antraceno	✓	1,328	0,637
Benzo(g,h,i)perileno		19,726	15,373
Antraceno		1,174	1,207
Coroneno		4,978	2,759
Σ PAH*		251,668	299,718
Σ EC**		106,890	116,716
PCA		28,8	25,9

Nota:

* Σ PAH es la suma de todos los compuestos de hidrocarburos poliaromáticos individuales.

** Σ EC es la suma de 8 tipos de compuesto de hidrocarburo poliaromático individual (8 PAH de Grimmer) que están restringidos según la Legislación Europea N.º 2005/69/EC.

*** Calculado a partir de PAH de la mezcla de alimentación de DAE 1, que es una mezcla de la alimentación DAE 1 y diluyente en una relación de 1:1.

Por ejemplo, la cantidad de contenido de los 8 PAH de Grimmer dada a conocer en la tabla 3 es 106,890 mg/kg. En el proceso de la presente invención, se encuentra que el producto de TDAE puede reducirse hasta 10 mg/kg, incluyendo el benzo(a)pireno con la cantidad inferior a 1 mg/kg.

< Ejemplo 2: Preparación de la mezcla de alimentaciones >

La alimentación de DAE se mezcla con un diluyente alifático no polar con la cadena de carbono de C5 a C8 y con una relación de diluyente con respecto a la alimentación de DAE entre 0,3 y 3,0. El proceso de mezclado de alimentación se ejecuta a una temperatura de 25 a 70 °C. Los datos sobre la densidad después del proceso de mezclado se muestran en la tabla 4.

Tablas 4. La densidad de diluyentes.

Tipo de diluyente	Cantidad de átomos de carbono	Densidad (kg/litro)
n-pentano	5	0,63
isopentano	5	0,62
n-hexano	6	0,66
n-heptano	7	0,68
n-octano	8	0,70
isooctano	8	0,69

Nota: La mezcla de alimentación de DAE 1 resultante del mezclado de la alimentación de DAE 1 con n-hexano en una relación de 1 dio como resultado la densidad de 0,81 kg/litro.

< Ejemplo 3: Proceso de extracción líquido-líquido >

El proceso de extracción líquido-líquido para producir aceite de proceso se realiza usando el método de contracorriente en una columna de extracción a una temperatura de 22 a 50 °C. A partir del resultado del proceso de extracción líquido-líquido anterior, se obtiene el rendimiento de los productos de TDAE-1 y TDAE-2 entre el 40 y el 50 % en peso y entre el 50 % y el 70 % en peso, respectivamente, tal como se muestra en la tabla 5 para la condición de funcionamiento, la tabla 6 para las propiedades químicas, la tabla 7 para las propiedades físicas.

Tabla 5. Las condiciones de funcionamiento.

ES 2 909 849 T3

Parámetros	TDAE - 1		TDAE - 2			
	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 13
Flujo de mezcla de alimentación de DAE, kg/hora	10,80	10,80	15,80	15,80	15,80	16,80
Flujo de disolvente, kg/hora	20,00	20,00	15,00	10,00	15,00	8,00
Flujo de mezcla de fase de refinado, kg/hora	6,17	6,26	11,80	12,70	11,67	14,51
Flujo de mezcla de fase de extracto, kg/hora	24,62	24,37	19,20	13,00	19,12	10,52
Relación de mezcla de DAE/furfural	1: 2	1: 2	1: 1	1: 0,67	1: 1	2 : 1
Temperatura, °C	25	35	25	25	25	25
PCA, % en peso	2,2	2,3	8,0	10,4	5,9	13,2
Rendimiento, % en peso	43,2	42,8	56,4	63,6	55,8	65,7
Σ EC, mg/kg ****	0,001	0,014	Traza	0,017	0,003	0,273
BaP, mg/kg ****	<0,001	<0,001	<0,001	0,005	<0,001	0,033

**** Resultado de la prueba de mezcla de TDAE (refinado).

5 Tabla 6. Las propiedades químicas de productos de TDAE.

Unidad (mg/kg)	Mezcla de TDAE - 1		Mezcla de TDAE - 2			
	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 13
Fenantreno	0,016	0,082	0,012	0,015	0,017	0,102
Antraceno	0,001	0,005	<0,001	<0,001	0,001	<0,001
Fluoranteno	0,002	0,0013	0,002	0,003	0,003	0,013
Pireno	0,002	0,008	0,002	0,007	0,003	0,028
Benzo(b)nafto(2,1-d)tiofeno	0,001	0,004	0,010	0,038	0,007	0,484
Benzo(g,h,i)fluoranteno	<0,001	<0,001	<0,001	0,004	0,001	0,046
Benzo(c)fenantreno	<0,001	<0,001	<0,001	0,002	0,001	0,040
Benzo(a)antraceno *	<0,001	<0,001	<0,001	0,005	<0,001	0,026
Ciclopenta(c,d)pireno	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Tripenileno/criseno	0,001	0,005	<0,001	0,011	0,001	0,083
Criseno *	<0,001	0,002	<0,001	0,004	<0,001	0,024
Benzo(b)fluoranteno *	<0,001	0,003	<0,001	<0,001	0,001	0,021
Benzo(j)fluoranteno *	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,040
Benzo(k)fluoranteno *	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,035
Benzo(b+j+k)fluoranteno	-	0,003	<0,001	-	0,001	0,096
Benzo(e)pireno *	0,001	0,009	<0,001	0,003	0,002	0,094
Benzo(a)pireno *	<0,001	<0,001	<0,001	0,005	<0,001	0,033
Perileno	<0,001	<0,001	<0,001	0,002	<0,001	0,011

Tabla 6. Las propiedades químicas de productos de TDAE (continuación)

10

Unidad (mg/kg)	Mezcla de TDAE - 1		Mezcla de TDAE - 2			
	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 13
Indeno(1,2,3-cd)pireno	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,018
Dibenzo(a,h)antraceno *	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Benzo(g,h,i)perileno	<0,001	0,004	<0,001	0,001	0,006	0,028
Antraceno	<0,001	<0,001	0,002	<0,001	<0,001	0,023
Coroneno	<0,001	0,003	0,004	<0,001	<0,001	0,017
Σ PAH	0,026	0,004	0,101	0,025	0,135	1,142
Σ EC *	0,01	0,014	-	0,017	0,003	0,273
Benzo(a)pireno	<0,001	<0,001	<0,001	0,005	<0,001	0,033
PCA	2,2	2,3	8,0	10,4	5,9	13,2

Por ejemplo, la tabla 6 da a conocer que la cantidad de contenido de los 8 PAH de Grimmer es de 0,001 – 0,273 mg/kg, que se considera muy por debajo del límite de PAH permitido por la Legislación Europea (10 mg/kg), mientras que se encuentra que el contenido más alto de benzo(a)pireno es 0,033 mg/kg, que todavía está por debajo del límite permitido de la Legislación Europea (1 mg/kg). En algunos experimentos de la presente invención, se encuentra que el producto de TDAE puede cumplir el límite permitido de PAH de la Legislación Europea al mismo tiempo que cumple el límite de PCA de menos del 3 % en peso. Sin embargo, en otros experimentos, el TDAE puede cumplir el mismo límite de PAH, aunque el contenido de PCA es superior al 3 % en peso, incluso tan alto como el 13,2 % en peso. Este hecho será muy útil para la Legislación Europea que limitará la cantidad de contenido de los 8 PAH de Grimmer sustancialmente inferior a 10 mg/kg, donde uno de ellos es benzo(a)pireno en una cantidad inferior a 1 mg/kg. Además será útil para la Legislación Europea que la presente invención proporcionará nuevos beneficios para la industria del caucho para proporcionar un producto de TDAE con mejor calidad en comparación con otros productos de TDAE, que es un contenido de componentes aromáticos superior al 25 %, incluso puede alcanzar el 30 – 35 % usando el método ASTM D 2140 - 97.

Tabla 7. El análisis físico de productos de TDAE

N.º	Parámetro	Método	TDAE-1	TDAE-2
1	Peso específico a 15,6/15,6 °C	ASTM D1298	0,9661	0,9885
2	Viscosidad cinemática a 100 °C, cSt	ASTM D445	16,58	19,73
3	Viscosidad cinemática a 40 °C, cSt	ASTM D445	327,2	519,8
4	Índice de refracción a 20 °C	ASTM D1218-02(07)	1,5379	1,5546
5	Constante de gravedad-viscosidad	ASTM D2501-91(05)	0,915	0,944
6	Azufre % en peso	ASTM D4294-08a	3,75	4,35
7	Punto de inflamación, °C	ASTM D92-05a	262	248

Tabla 7. El análisis físico de productos de TDAE (continuación)

N.º	Parámetro	Método	TDAE-1	TDAE-2
8	Punto de anilina, °C	ASTM D611-07	54,9	43,0
9	Tipo de átomo de carbono C _A , % en peso	ASTM D2140	31,0	37
10	C _N , % en peso	ASTM D2140	34,0	33
11	C _P , % en peso	ASTM D2140	35,0	30
12	Compuestos aromáticos policíclicos, % en peso	IP 346	2,7	8,0

<Ejemplo 4 Prueba AMES en alimentación de DAE, TDAE-1 y TDAE-2>

La prueba de mutagenicidad se realizó usando la prueba AMES basada en las directrices de la OECD para la prueba de productos químicos n.º 471 (1997). En este ensayo se usó *Salmonella typhimurium* TA 1535 como material microbiano que era muy sensible al compuesto mutagénico. El número de colonias que crecieron fue un indicador de actividad mutagénica del compuesto de PAH en la alimentación de DAE, TDAE-1 y TDAE-2, respectivamente. Basándose en la prueba AMES tal como se muestra en la tabla 8, se extraen las siguientes conclusiones:

1. La colonia de bacterias en la alimentación de DAE creció cuatro (4) veces más que la que creció en el control (reversión espontánea de la colonia). Esto indica que el producto de alimentación de DAE puede clasificarse como compuesto mutagénico o carcinogénico.

2. El número de colonias de bacterias en TDAE-1 y TDAE-2 fue similar al del control (reversión espontánea de la colonia). Esto indica que los productos de TDAE-1 y TDAE-2 pueden clasificarse como compuesto no mutagénico o

no carcinogénico.

Tabla 8. El resultado de la prueba mutagénica (prueba Ames).

No	Tipo de prueba	Número promedio de colonias <i>Koloni</i>	
		Sin mezcla S-9	Con mezcla S-9
1	Reversión espontánea (control de colonias)	330	430
2	Prueba de mutagenicidad		
	a. DAE Umpan (sin dilución) *	1865	☞
	b. TDAE-1 (sin dilución) *	324	351
	c. TDAE-2 (sin dilución) *	335	417
	d. DMSO	314	377
3	Prueba de mutagenicidad		
	a. DAE Umpan (dilución 1:1)	495	529
	b. TDAE-1 (dilución 1:1)	163	200
	c. TDAE-2 (dilución 1:1)	155	217
4	Prueba de mutagenicidad		
	a. DAE Umpan (dilución 1:10)	378	427
	b. TDAE-1 (dilución 1:10)	43	107
	c. TDAE-2 (dilución 1:10)	17	91
5	Ensayo de toxicidad		
	a. Alimentación de DAE	Ninguna zona inhibidora (no se sometió a prueba toxicidad a microorganismo)	No se realizó
	b. TDAE-1		
	c. TDAE-2		
	d. DMSO		

☞ Estaban presentes demasiadas colonias de modo que no pudo contarse.

• La tabla a continuación indica el nivel de PCA, B(a)P y PAH contenidos en el producto respectivo tal como se mencionó anteriormente:

	% en peso de PCA	mg/kg de B(a)P	mg/kg de 8 PAH de Grimmer
a. Alimentación de DAE (sin dilución)	28,8 %	4,058	106,890
b. TDAE-1 (sin dilución)	2,2%	<0,001	0,001
c. TDAE-2 (sin dilución)	8 %	<0,001	traza

<Términos y definiciones utilizados en la memoria descriptiva de esta solicitud >

En la memoria descriptiva de esta solicitud, “extracción líquido-líquido” es un proceso tecnológico que se basa en el método de funcionamiento de transferencia de masa a una alimentación que se pone en contacto con un disolvente para extraer sustancias solubles (soluto) a partir de los materiales de alimentación. Los materiales de alimentación, que consisten en un portador y un soluto deben tener una propiedad, es decir, no pueden mezclarse (inmiscible) o pueden mezclarse parcialmente (miscible) con el disolvente, de modo que solo el soluto que tiene mayor solvencia que los diluyentes puede moverse al disolvente.

“Diluyente” es un compuesto de alcano que se usa para reducir la densidad de los materiales de alimentación.

“Extractor” es un tipo de extractor de columna de agitación usado en los experimentos de la presente invención, en lo sucesivo en el presente documento denominado extractor. La parte principal de este extractor es un agitador de turbina que puede hacerse funcionar en las condiciones hidrodinámicas y sirve como agitador para generar gotas dispersadas.

“PCA o compuesto aromático policíclico”, es un compuesto orgánico que consiste en 3 o más anillos de compuesto aromático con o sin cadena ramificada, donde en el PCA están contenidos el compuesto de PAH (hidrocarburo aromático policíclico) y el compuesto orgánico que contiene heteroátomo como nitrógeno (N), Azufre (S) y oxígeno (O). No todos los compuestos que se agrupan como PAH tienen la propiedad de ser carcinogénicos.

“PAH o hidrocarburo aromático policíclico” es un compuesto químico que consiste en un enlace de anillo aromático y no contiene heteroátomo u otro sustituyente, consiste en moléculas de carbono e hidrógeno. Hay 23 tipos de compuestos de PAH individuales en la alimentación de DAE en donde 8 tipos de los mismos se indican como sustancias carcinogénicas o se denominan 8 PAH de Grimmer.

“Aceite de proceso” es aceite que es rico en compuesto aromático, usado como disolvente en la fabricación de

neumáticos o también puede usarse como disolvente en la industria de la tinta de impresión.

"IP 346" es el método estándar para determinar PCA en aceite lubricante o fracción de petróleo que no contiene asfalteno.

5

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir un extracto aromático destilado tratado, TDAE-2, que consiste en las siguientes etapas:
- 5 a) producir una alimentación de extracto aromático destilado DAE mezclando DAE-1, DAE-2 y DAE-3 o dos de los tres tipos diferentes de DAE para obtener una alimentación de DAE que tiene una viscosidad cinemática a 100 °C que oscila desde 24 hasta 67 cSt con una densidad que oscila desde 0,98 hasta 1,20 kg/l, en el que la fórmula de mezclado se determina basándose en las viscosidades cinemáticas a 100 °C de cada uno de DAE-1, DAE-2 y DAE-3, respectivamente, en el que el mezclado se lleva a cabo en línea o fuera de línea y se completa con agitación en un recipiente;
- 10 b) mezclar la alimentación de DAE obtenida en la etapa a anterior con un diluyente de manera en línea o fuera de línea para producir la densidad de mezcla de alimentación de DAE en el intervalo de 0,75 - 0,85 kg/litro, en el que el diluyente se selecciona de n-pentano, isopentano, n-hexano, n-heptano, n-octano e isooctano;
- 15 c) dirigir el flujo de mezcla de alimentación de DAE en la etapa b anterior al extractor que tiene una temperatura isotérmica, en el intervalo de 22 °C - 35 °C;
- 20 d) poner en contacto el flujo de mezcla de alimentación de DAE en la etapa c anterior con determinados disolventes, tal como furfural, NMP y DMSO de modo que un proceso de extracción líquido-líquido con técnica de contracorriente tenga lugar a una temperatura isotérmica, en el intervalo de 22 °C - 35 °C,
- 25 en el que la velocidad de rotación de agitación en el intervalo de 75 - 100 r. p. m. y la relación de disolvente polar con respecto a mezcla de alimentación de DAE oscila desde 0,5 hasta 1,7;
- 30 e) ajustar el proceso de separación de capas de interfase en el extractor de modo que den lugar a una mezcla de refinado y mezcla de extracto a través de un equipo de control colocado en la parte inferior de la columna;
- 35 f) dirigir el flujo de mezcla de refinado obtenida en la etapa e a una unidad de recuperación de disolvente para separar el disolvente y el diluyente de la mezcla de refinado para producir un producto que contiene compuesto aromático policíclico (PCA) entre el 3 % - 20 % en peso y la suma de ocho tipos de hidrocarburos poliaromáticos, 8 PAH de Grimmer, inferior a 10 mg/kg, benzo(a)pireno inferior a 1 mg/kg y que tiene una viscosidad cinemática a 100 °C medida por ASTM D445-06 por encima de 16 cSt, un contenido de compuestos aromáticos en el intervalo del 25 %-38 % en peso calculado basándose en ASTM D2140-97, un peso específico a 15,6 °C en el intervalo de 0,966-0,988, un punto de anilina en el intervalo de 43,0 - 75,0 °C y un índice de refracción de 20 °C en el intervalo de 1,5379 - 1,5546 y
- 40 en el que los 8 PAH de Grimmer se refieren a las sustancias benzo(a)pireno, benzo(e)pireno, benzo(a)antraceno, criseno, benzo(b)fluoranteno, benzo(j)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno y dibenzo(a,h)antraceno y el contenido de 8 PAH de Grimmer se mide por medio del método de dilución de isótopos de espectrómetro de masas con cromatografía de gases, GCMS-SIM y el contenido de PCA se analiza gravimétricamente según el método IP-346;
- 45 g) dirigir el flujo de mezcla de extracto obtenida en la etapa e. a una unidad de recuperación de disolvente para separar el disolvente de la mezcla de extracto para producir un producto final con extracto de alta concentración de compuestos aromáticos, HACE; y
- 50 h) recoger el disolvente y el diluyente separados en la etapa f. y el disolvente separado en la etapa g., respectivamente, en un recipiente para su reutilización en el siguiente proceso de extracción.
2. El proceso según la reivindicación 1, en el que las condiciones de temperatura de funcionamiento aplicadas en la etapa b oscilan entre 20 °C - 70 °C, y la relación de diluyentes con respecto a la alimentación de DAE oscila entre 0,3 - 3,0, más preferiblemente en 1,0 de modo que la densidad de la mezcla resultante de alimentación de DAE oscila entre 0,75 - 0,85 kg/litro.
- 55 3. Producto de TDAE-2 obtenido mediante un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1-2 que tiene PCA entre el 3 % - 20 % en peso y 8 PAH de Grimmer inferior a 10 mg/kg y BaP inferior a 1 mg/kg y que tiene una viscosidad cinemática a 100 °C medida por ASTM D445-06 por encima de 16 cSt, un contenido de compuestos aromáticos en el intervalo del 25 % - 38 % en peso calculado basándose en ASTM D2140-97, un peso específico a 15,6 °C en el intervalo de 0,966 - 0,988, un punto de anilina en el intervalo de 43,0 - 75,0 °C y un índice de refracción de 20 °C en el intervalo de 1,5379 - 1,5546 y
- 60 en el que los 8 PAH de Grimmer se refieren a las sustancias benzo(a)pireno, benzo(e)pireno, benzo(a)antraceno, criseno, benzo(b)fluoranteno, benzo(j)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno y
- 65

dibenzo(a,h)antraceno y el contenido de 8 PAH de Grimmer se mide por medio del método de dilución de isótopos de espectrómetro de masas con cromatografía de gases (GCMS-SIM) y el contenido de PCA se analiza gravimétricamente según el método IP-346.

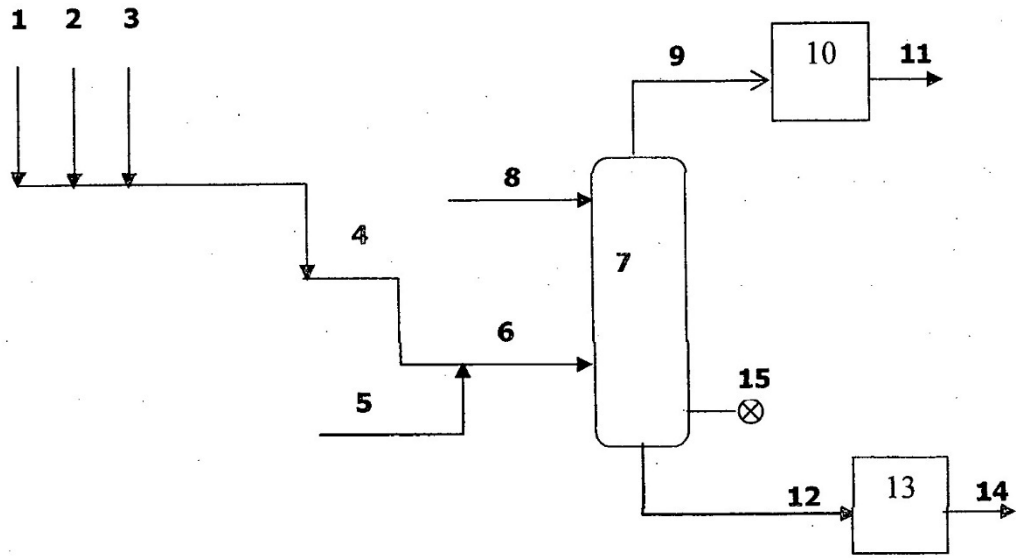


Figura 1.