

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT

(11) 162107 B

PATENTDIREKTORATET  
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 5556/84

(51) Int.Cl.<sup>5</sup> C 10 M 175/00

(22) Indleveringsdag: 22 nov 1984

(41) Alm. tilgængelig: 24 maj 1985

(44) Fremlagt: 16 sep 1991

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 23 nov 1983 NL 8304023

(71) Ansøger: \*KINETICS TECHNOLOGY INTERNATIONAL B.V.; Bredewater 26; 2715 CA Zoetermeer, NL

(72) Opfinder: Leonardus Mathijs Maria 't'Mannetje; ID, Ashok Shankar \*Laghate; NL

(74) Fuldmægtig: Plougmann & Vingtoft Patentbureau

(54) Fremgangsmåde til genraffinering af smørelier

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

5556-84

Ved en fremgangsmåde til genraffinering af brugte smørelier underkastes en smørelie, der er befriet for vand og slamdannende urenheder, en fordestillation ved reduceret tryk og med en kort opholdstid af olien i destillationskolonnen, og derefter underkastes olien filminddampning under vakuum i én eller flere afstrygningsfilminddamper, hvor det ved hjælp af filminddamperen opnåede afdampningsprodukt underkastes en efterbehandling efter kondensation, og det tunge bundprodukt (restprodukt) fra mindst én filminddamper i det mindste delvis recirkuleres til indgangen til denne filminddamper.

DK 162107 B

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til genraffinering af brugte smøreolier, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig ved, at en brugt smøreolie, der er befriet for vand og slamdannende urenheder, underkastes en fordestillation ved reduceret tryk og med kort opholdstid af olien i destillationskolonnen, og olien derefter underkastes filminddampning i vakuum, idet væskefilmen holdes i turbulent bevægelse ved afstrygning, og det afdampningsprodukt, der opnås ved filminddampningen, underkastes en efterbehandling efter kondensation.

Fra hollandsk patentskrift nr. 166.060 kendes en fremgangsmåde, hvor den brugte smøreolie efter en fordestillation ved et tryk på i praksis 3,33-9,33 kPa, hvor lette komponenter skilles fra, underkastes filminddampning (wiped film-evaporators) i to afstrygningsfilminddampere i serie, der drives ved et tryk af størrelsesordenen 13,3-266 Pa, idet bundproduktet af den første filminddamper fødes ind som fødemateriale til den anden inddamper.

Denne fremgangsmåde gør det muligt at anvende en katalytisk behandling med hydrogen som efterbehandling, sådan som det i og for sig er kendt fra *Hydrocarbon Processing* 9, 1973, s. 134, og fremgangsmåden giver således produkter af god kvalitet, der er egnede som smøreoliebasis, og fremgangsmåden kan let tilpasses til variationer i sammensætningen af fødematerialet.

Det har vist sig, at der under filminddampningen, der finder sted under sammenlignelige temperatur- og trykbetingelser, og i mindst et lige så godt udbytte fås et afdampningsprodukt af generelt bedre kvalitet, der ikke alene kan omdannes til en fortræffelig smøreoliebasis ved hjælp af en almindelig kendt efterbehandling, fx en katalytisk behandling med hydrogen ifølge *Hydrocarbon Processing l.c.*, men også kan anvendes som fødemateriale til moderne katalytiske cracking-processer i fluidiseret fase (FCC-processer: jfr. fx *Oil and Gas Journal*, 17. maj 1976), hvis filminddampningen finder sted i én eller flere afstrygningsfilminddampere, og det tunge bundprodukt (remanensprodukt) fra mindst én filminddamper i det mindste delvis recirkuleres til indløbet af denne filminddamper.

I USA patentskrift nr. 4.360.420 beskrives en fremgangsmåde til genraffinering af brugte smøreolier, hvor der anvendes en afstrygningsfilminddamper, og hvor en fraktion, der skilles fra i filminddamperne, delvis recirkuleres. I modsætning til nærværende opfindelse er dette imidlertid en let fraktion, der skilles fra som damp i filminddamperen.

Det er ikke helt klart, hvad der er grunden til, at der med opfindelsens generelle foranstaltning opnås et produkt med bedre kvalitet i et lige så godt udbytte; en mulig forklaring er, at sammensætningen af det samlede materiale, der løber ind i filminddamperen, på grund af det recirkulerede bundprodukt, ændres i en sådan grad, at materialet bedre fugter filminddamperens vægge og derfor forårsager en bedre varmeoverførsel og afdampning.

Når behandling af brugt svær smøreolie undtages, kan man i almindelighed opnå det ovennævnte resultat med en enkelt afstrygningsfilminddamper.

I forhold til fremgangsmåden ifølge hollandsk patentskrift nr. 166.060 betyder dette også en betragtelig besparelse på installations- og driftsomkostningerne.

Takket være foranstaltningerne ifølge opfindelsen kan fremgangsmåden også anvendes til genraffinering af brugte svære smøreolier ved anvendelse af to afstrygningsfilminddampere, idet bundproduktet fra den første inddamper anvendes som fødemateriale for den anden inddamper, og bundproduktet af den anden inddamper i det mindste delvist recirkuleres til indløbet af denne anden filminddamper.

Mængden af bundprodukt, der recirkuleres til indløbet af den anden filminddamper, varierer i almindelighed mellem 5 og 30% af den samlede mængde afdampningsprodukt, afhængig af kvaliteten af den brugte smøreolie, der anvendes som fødemateriale.

For svær smøreolie er nævnte procentdel fortrinsvis mellem 5 og 15%.

For de andre lettere og brugte smøreolier er procentdelen fortrinsvis 10-25%. Med en sådan recirkulationsgrad er resultatet optimalt.

Afdampningsfraktionen, der kommer fra afstrygningsfilminddamperen/-inddamperne kondenseres fortrinsvis ved en temperatur på 150-250°C, hvorefter kondensatet underkastes en "hot-soak"-behandling (kondensatet holdes i nogen tid ved forhøjet temperatur). Dette har en gunstig indflydelse på kondensatets kvalitet, således at efterbehandlingen, fx den katalytiske behandling med hydrogen ifølge *Hydrocarbon Processing l.c.*, og kvaliteten af den derved opnåede smøreliebasis påvirkes i gunstig retning. Produktet fra "hot-soak"-behandlingen er endvidere også egnet som fødemateriale til en FCC-behandling.

- 10 Under "hot-soak"-behandlingen foretrækkes det, at kondensatet holdes ved kondensationstemperaturen, eftersom denne har den bedste virkning. "Hot-soak"-behandlingen tager fortrinsvis 1-30 timer.

En "hot-soak"-behandling på mindre end 1 time resulterer ikke i nogen i praksis vigtig forbedring, og en behandling på mere end 30 timer giver ikke nogen yderligere forbedring af kvaliteten. Den optimale varighed inden for det nævnte interval afhænger af kvaliteten af den anvendte brugte smørelie.

Hvis produktet, der kommer fra "hot-soak"-behandlingen, under fremgangsmåden ifølge opfindelsen underkastes en katalytisk behandling med hydrogen, kombineres "hot-soak"-produktet fortrinsvis med de lette komponenter, der skilles fra under fordestillationen ved reduceret tryk. De nævnte lette komponenter danner en gasolie af dårlig kvalitet, der, hvis den hydrogeneres sammen med "hot-soak"-produktet, giver et slutprodukt, ud fra hvilket der ved fraktioneret destillation, udover en smøreliebasis med gunstige egenskaber, også kan genvindes en dieselolie med fortræffelige egenskaber, et produkt der ikke kan opnås ud fra gasolien fra fordestillationen.

Opfindelsen belyses ved følgende eksempler. Eksempel 1 beskrives ved hjælp af fig. 1, der viser et strømningsdiagram for en foretrukken udførelsesform for opfindelsen. Eksempel 2 beskrives ved hjælp af fig. 2, der viser en anden udførelsesform for opfindelsen, hvor der anvendes to filminddampere. I nævnte figurer er ens komponenter vist med de samme henvisningsbetegnelser.

I begge eksempler anvendes der brugt smøreolie, der først er blevet befriet for slamdannende urenheder og vand samt lette komponenter (benzin, hvormed smøreolien er forurennet), fx ved filtrering i et mekanisk eller mekanisk/magnetisk filter og flashinddampning som  
5 beskrevet i hollandsk patentskrift nr. 166.060.

## EKSEMPEL 1

Brugt smøreolie, der er befriet for slamdannende urenheder og for vand og lette komponenter fødes via en ledning 1 til en fordestillationskolonne 2 sammen med en mængde af bundproduktet fra denne fordestillationskolonne, der recirkuleres gennem en ledning 11. I fordestillationskolonnen 2 adskilles en gasolie af lav kvalitet under reduceret tryk ved fraktionering fra smøreolien. Gasoliedampene slipper ud gennem en ledning 6, kondenseres i en varmeveksler 7 og recirkuleres delvis som et tilbageløb gennem en ledning 8. Brugt  
10 smøreolie, der er befriet for gasolie, forlader kolonnen 2 som en bundstrøm gennem en ledning 3 og presses gennem en varmeveksler 5 ved hjælp af en pumpe 4, hvor denne strøm forvarmes. En del af den forvarmede bundstrøm recirkuleres gennem ledningen 11 og blandes med den tørre brugte smøreolie i ledningen 1 som beskrevet ovenfor. Resten af  
15 den forvarmede bundstrøm flyder gennem en ledning 12 til en afstrygningsfilminddamper 15. Før ankomst til filminddamperen 15 blandes bundstrømmen med en del af bundproduktet, der kommer fra filminddamperen, og som recirkuleres gennem en ledning 13 ved hjælp af en pumpe 16. Resten af bundproduktet fra filminddamperen 15 bortledes gennem  
20 en ledning 17.  
25

Til bundstrømmen i ledningen 12 blandes også en tung fraktion, der beskrives i det følgende, og som tilføres som en "blow-off"-strøm (dråning) fra en "hot-soak" via en ledning 14.

I filminddamperen, der opererer under vakuum, afdampes lette smøreoliekomponenter. Disse dampe slipper ud gennem en ledning 18 og kondenseres i en varmeveksler 19, idet temperaturen holdes så høj som mulig. Kondensatet pumpes ved hjælp af en pumpe 20 ind i en beholder  
30

21, hvor dette kondensat undergår en "hot-soak"-behandling. Ved denne "hot-soak"-behandling skilles urenheder, der er til stede i kondensatet, fra som en tung fraktion; denne tunge fraktion recirkuleres som en "blow-off"-strøm (dræning) via ledningen 14 og blandes som beskrevet ovenfor med den forvarmede bundstrøm i ledningen 12.

Kondensatet i beholderen 21, som urenhederne er blevet skilt fra som en tynd fraktion, ledes efter "hot-soak"-behandlingen ud via en ledning 22 og en pumpe 23, blandes med den gasoliefraktion, der blev dannet ved fordestilleringen og passerer, efter at være blevet blandet med hydrogen, via en ledning 24 og en varmeveksler 25 til en reaktor 26, der er fyldt med en hydrogeneringskatalysator, hvor blandingen hydrogeneres. Produktstrømmen fra hydrogeneringsreaktoren passerer gennem en ledning 27 til en separator 28, hvor det tilbagevarende hydrogen skilles fra og bortledes gennem en ledning 29, hvorefter det, efter at trykket er blevet forøget i en kompressor 30, og det er blevet blandet med ekstra hydrogen, der tilføres gennem en ledning 31, recirkuleres via en ledning 32 og blandes med blandingen af carbonhydrider, der tilføres gennem ledningen 24.

Den hydrogenerede carbonhydridblanding ledes ud fra bunden af separatoren 28 og passerer gennem en ledning 33 til en fraktioneringskolonne 34, hvor denne blanding af carbonhydrider adskilles i en dieseloliefraktion 35, der forlader kolonnen i toppen, en let smøreoliebasisfraktion 36, der forlader kolonnen som en mellemfraktion, og en tung smøreoliebasisfraktion 37.

De anvendte betingelser og opnåede resultater er anført i nedenstående tabel.

#### EKSEMPEL 2

Ligesom i fremgangsmåden ifølge eksempel 1 føres brugt smøreolie, der er befriet for slamdannende urenheder og for vand og lette komponenter, via ledningen 1 til en fordestillationskolonne 2 sammen med en mængde af bundproduktet fra denne fordestillationskolonne, der recirkuleres gennem en ledning 11. I fordestillationskolonnen 2 adskilles

under reduceret tryk en gasolie af lav kvalitet ved fraktionering fra smøreolien. Gasoliedampene slipper ud gennem en ledning 6, kondenseres i en varmeveksler 7 og recirkuleres delvis som et tilbageløb gennem en ledning 8. Brugt smøreolie, der er befriet for gasolie, 5 forlader kolonnen 2 som en bundstrøm gennem en ledning 3 og presses gennem en varmeveksler 5 ved hjælp af en pumpe 4, hvor denne strøm forvarmes. En del af den forvarmede bundstrøm recirkuleres gennem en ledning 11 og blandes med tør brugt smøreolie i ledningen 1 som beskrevet ovenfor. Resten af den forvarmede bundstrøm passerer gennem 10 en ledning 12 til en afstrygningsfilminddamper 38.

I denne første afstrygningsfilminddamper 38, der opererer under vakuum, afdampes de lettere komponenter af smøreolien; dampene slipper ud gennem en ledning 41 og kondenserer i en varmeveksler 42, hvorefter kondensatet pumpes til en "hot-soak"-tank 21 ved hjælp af 15 en pumpe 43. Bundproduktet fra denne første afstrygningsfilminddamper 42 pumpes til en anden afstrygningsfilminddamper 15 ved hjælp af en pumpe 39 og en ledning 40.

Før bundproduktet fra den første filminddamper 38 kommer ind i filminddamperen 15, blandes det med en mængde af bundproduktet fra den 20 anden afstrygningsfilminddamper 15 og også med en "blow-off"-strøm (dræning) fra "hot-soak"-tanken 21. Bundproduktet fra filminddamperen 15, der recirkuleres på denne måde, er kun en del af det samlede bundprodukt fra den anden filminddamper 15. Dette samlede bundprodukt pumpes bort fra bunden af filminddamperen 15 ved hjælp af en pumpe 25 16; en del recirkuleres gennem en ledning 13 til ledningen 40, og remanensen bortledes som sådan via en ledning 17.

I den anden afstrygningsfilminddamper 15, der også opererer under vakuum, afdampes de tungere smøreoliekomponenter. De slipper ud i toppen via en ledning 18 og kondenserer i en varmeveksler 19, hvorefter de transporteres til "hot-soak"-tanken 21 ved hjælp af en pumpe 30 20.

De lette og tunge smøreoliekomponenter undergår en "hot-soak"-behandling i "hot-soak"-tanken 21, hvorved tunge urenheder skilles fra og passerer som en "blow-off"-strøm (dræning) via ledningen 14 til

den anden afstrygningsfilminddamper 15. Temperaturen i "hot-soak"-tanken 21 holdes ved en værdi, der ligger tæt på kondensationstemperaturen i varmevekslerne 42 og 19. De urenheder, der skilles fra under "hot-soak"-behandlingen og ledes bort som en "blow-off"-strøm (dræning), forlader i sidste ende systemet som en del af remanensproduktet 17.

Kondensatet i beholderen 21, som urenhederne er blevet skilt fra som en tung fraktion, ledes efter "hot-soak"-behandlingen gennem en ledning 22 og en pumpe 23, blandes med den gasoliefraktion, der blev dannet ved fordestillationen, og passerer, efter at være blevet blandet med hydrogen, gennem en ledning 24 og en varmeveksler 25 til en reaktor 26, der er fyldt med en hydrogeneringskatalysator, hvor blandingen hydrogeneres. Produktstrømmen fra hydrogeneringsreaktoren 26 passerer gennem en ledning 27 til en separator 28, hvorfra det tilbageværende hydrogen skilles fra, hvilket hydrogen ledes bort gennem en ledning 29 og recirkuleres, efter at trykket er blevet forøget i en kompressor 30, og det er blevet blandet med ekstra hydrogen, der tilføres gennem en ledning 31, via en ledning 32 og blandes med blandingen af carbonhydrider, der tilføres gennem en ledning 24.

Den hydrogenerede carbonhydridblanding ledes bort fra bunden af separatoren 28 og føres via en ledning 33 til en fraktioneringskolonne 34, hvor denne carbonhydridblanding adskilles i en dieseloliefraktion 35, der forlader kolonnen i toppen, en let smøreoliebasisfraktion 36, der forlader kolonnen som en mellemfraktion, og en tung smøreoliebasisfraktion 37.

De anvendte betingelser og de opnåede resultater er anført i nedenstående tabel.

TABEL

	Eksempel 1	Eksempel 2
	220°C	220°C
5	2 kPa	2 kPa
	-	320°C
	-	1,5 kPa
10	345°C	345°C
	200 Pa	150 Pa
	180°C	?
15	24 timer	26 timer
	320°C	320°C
	6000 kPa	6000 kPa
	200°C	200°C
	3 kPa	3 kPa
20	5000 kg/time	3000 kg/time
	410 kg/time	120 kg/time
	4180 kg/time	2560 kg/time
	310 kg/time	280 kg/time
	800 kg/time	200 kg/time
30	520 kg/time	190 kg/time
	4020 kg/time	2460 kg/time

## PATENTKRAV

1. Fremgangsmåde til genraffinering af brugte smøreolier, ved hvilken en smøreolie, der er befriet for vand og slamdannende urenheder,

underkastes en fordestillation ved reduceret tryk og med en kort op-  
holdstid af olien i destillationskolonnen (2), og olien derefter  
underkastes filminddampning under vakuum (15, 38), idet væskefilmen  
holdes i turbulent bevægelse ved afstrygning, og topproduktet, der  
5 opnås ved filminddampningen (18), underkastes en efterbehandling  
efter kondensation,  
k e n d e t e g n e t ved, at filminddampningen finder sted i én  
eller flere afstrygningsfilminddampere (15, 38), og det tunge bund-  
produkt (restprodukt) (13, 17) fra mindst én filminddamper recirku-  
10 leres i det mindste delvis til indgangen (12, 40) til denne filmind-  
damper (15).

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1,

k e n d e t e g n e t ved, at der anvendes én filminddamper (15).

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1,

15 k e n d e t e g n e t ved, at der anvendes to afstrygningsfilmind-  
dampere (15, 38), idet bundproduktet (40) fra den første inddamper  
(38) anvendes som fødemateriale for den anden (15), og bundproduktet  
(13, 17) fra den anden filminddamper i det mindste delvis recirku-  
leres til indgangen (40) til denne filminddamper (15).

20 4. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 1-3,

k e n d e t e g n e t ved, at der i hver filminddamper (15), hvor  
der finder recirkulation af bundproduktet sted, anvendes 5-30%'s  
recirkulation baseret på de samlede afdampningsprodukter.

5. Fremgangsmåde ifølge krav 2 eller 4,

25 k e n d e t e g n e t ved, at der recirkuleres en mængde bundprodukt  
(13), der svarer til 10-25% af det samlede afdampningsprodukt.

6. Fremgangsmåde ifølge krav 3 eller 4,

k e n d e t e g n e t ved, at der recirkuleres en mængde bundprodukt  
(13), der svarer til 5-15% af det samlede afdampningsprodukt.

30 7. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 1-6,

k e n d e t e g n e t ved, at afdampningsproduktet (18, 41), der  
kommer fra filminddamperen/-inddamperne (15, 38) kondenseres ved en

temperatur på 150-250°C, hvorefter kondensatet underkastes varmebehandling ved forhøjet temperatur i en passende tid.

8. Fremgangsmåde ifølge krav 7,  
k e n d e t e g n e t ved, at kondensatet under varmebehandlingen  
5 holdes ved kondensationstemperaturen.

9. Fremgangsmåde ifølge krav 7 eller 8,  
k e n d e t e g n e t ved, at kondensatet underkastes varmebehandlingen i 1-30 timer.

10. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 7-9,  
10 k e n d e t e g n e t ved, at kondensatet (22) underkastes en katalytisk hydrogenering (26), og der udvindes en smøreoliebasis.

11. Fremgangsmåde ifølge krav 10,  
k e n d e t e g n e t ved, at produktet (22) efter varmebehandlingen  
15 kombineres med de lette komponenter (10), der skilles fra under fordestillationen (2), og blandingen underkastes den katalytiske hydrogenering (26).

12. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 7-9,  
k e n d e t e g n e t ved, at kondensatet anvendes som fødemateriale til en FCC-behandling.

