

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 687 687**

51 Int. Cl.:

C10G 19/073 (2006.01)

C10G 29/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.03.2012 PCT/IN2012/000188**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.09.2012 WO12127504**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.03.2012 E 12760070 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.05.2018 EP 2688984**

54 Título: **Proceso para la desulfuración de aceite de petróleo**

30 Prioridad:

23.03.2011 IN 845MU2011

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

26.10.2018

73 Titular/es:

ADITYA BIRLA SCIENCE & TECHNOLOGY CO. LTD. (50.0%)

Aditya Birla Center, 2nd Floor, C Wing S. K. Ahire Marg

Mumbai 400 025, Maharashtra, IN y

ADITYA BIRLA NUVO LIMITED (50.0%)

72 Inventor/es:

CHAVAN, SANDEEP VASANT;

KINI, HARSHAD RAVINDRA;

KAPOOR, BIR y

GHOSAL, RANJAN

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 687 687 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 la desulfuración de aceite de petróleo.

5 Campo de la exposición

La presente exposición se refiere a procesos de desulfuración.

10 Particularmente, la exposición se refiere a un proceso para la desulfuración de aceites pesados de petróleo y aceites residuales de petróleo, más particularmente, aceite para fabricación de negro de carbón.

Antecedentes

15 Los aceites de petróleo son mezclas complejas principalmente de hidrocarburos y otros compuestos que contienen carbono. La composición total del aceite de petróleo o aceite crudo se sabe que varía significativamente desde su origen o la localización geográfica de la refinería. La composición elemental de estos aceites consiste en aproximadamente carbono (84 al 87%), hidrógeno (12 al 14%) junto con oxígeno, nitrógeno, azufre, humedad y cenizas. El contenido de azufre puede variar sustancialmente del 0,2 al 8%. Además de estos componentes principales, existen trazas de impurezas metálicas, que pueden estar presentes inicialmente o se pueden asociar al aceite durante diversas etapas del procesado en la refinería. Los aceites crudos también pueden contener hidrocarburos, parafinas, asfaltenos, resinas y cenizas. Las composiciones de aceite crudo se pueden diferenciar en varias fracciones individuales con diferentes intervalos de ebullición. Las fracciones con bajo punto de ebullición (< 170 °C) son, típicamente, naftas, aquellas entre 180 y 250 °C son queroseno, y las que tienen un punto de ebullición en el intervalo comprendido entre 250 y 350 °C se denominan gasóleos. Las fracciones con un punto de ebullición por encima de 350 °C se denominan, en general, residuos, y se obtienen después de que la totalidad o la mayor parte de los productos destilables se ha eliminado del aceite de petróleo. Estas fracciones residuales se podrían distinguir adicionalmente en gasóleos de vacío ligeros, gasóleos de vacío pesados y residuos de vacío. Cada una de estas diferentes fracciones presenta una distribución molecular diferente de diversas especies de hidrocarburos y compuestos relacionados. En particular, uno de los aspectos significativos es la distribución de especies que contienen azufre en estas fracciones. El uso de los residuos de aceite de petróleo incluye la calefacción (como combustible), y como materia prima para la fabricación de negro de carbón. La presencia de azufre en el residuo de aceite de petróleo tiene una serie de inconvenientes. Durante la combustión completa o parcial del residuo de petróleo, el azufre se convierte en SO₂ y SO₃. Estos generan problemas medioambientales importantes en forma de lluvias ácidas y afectan negativamente a la salud. Además, las especies con azufre provocan la contaminación de sistemas catalizadores usados en las refinerías. Se sabe también que las mismas son el motivo principal de corrosión de los equipos y de gases de escape. La presencia de azufre en la fracción residual tiene otras ramificaciones en caso de usarla como material de partida para la fabricación de negro de carbón. Aparte de una contaminación significativa del aire, estas especies permanecen asociadas al producto final de negro de carbón lo cual es perjudicial en diversas aplicaciones. Además, un alto contenido de azufre afecta al rendimiento del proceso de fabricación.

45 El aceite para la fabricación de negro de carbón (CBFO) es un material de partida usado para fabricar negro de carbón, que es un material importante usado en la industria de los neumáticos. La materia prima de negro de carbón es una mezcla de C₁₂ y componentes superiores ricos en naftaleno, metilindenos, antraceno, fluoreno y otros componentes poliaromáticos. El CBFO se obtiene esencialmente o bien a partir de refinerías petroleras o bien a partir de plantas de destilación de alquitrán de hulla. Existen dos tipos de CBFO, concretamente, el tipo con BMCI Alto y el tipo General. El "BMCI" (Índice de Correlación de la Agencia de Minas) mide efectivamente el grado de rendimiento del negro de carbón. Cuanto mayor sea el BMCI, mejor será el rendimiento del negro de carbón. El CBFO de BMCI Alto es usado como material de partida por los fabricantes de negro de carbón, mientras que el otro grado es usado por diversos consumidores para fabricar aceites en procesos de caucho, varillas de incienso, etcétera.

50 El contenido de azufre en el CBFO hace que se reduzca el valor efectivo del BMCI. Por otra parte, este azufre se lleva incorporado hasta el producto final de negro de carbón en forma de impureza. Por tanto, resulta interesante reducir el contenido de azufre del CBFO. Por tanto, sería interesante descubrir un método para reducir el contenido de azufre del residuo de aceite de petróleo que se usará como CBFO.

60 Un proceso de desulfuración se lleva a cabo habitualmente para eliminar azufre (S) de gas natural y productos de petróleo, tales como gasolina, combustible de aviación, queroseno, combustible diésel y fueloil. La materia prima de las refinerías (nafta, queroseno, gasoil y aceites más pesados) contiene una amplia variedad de compuestos orgánicos de azufre, que incluyen tioles, tiofenos, sulfuros orgánicos, disulfuros y muchos otros. Estos compuestos orgánicos de azufre son los productos de la degradación de componentes biológicos que contienen azufre, presentes durante la formación natural del combustible fósil, el aceite crudo de petróleo. La finalidad de eliminar azufre es reducir las emisiones de dióxido de azufre (SO₂) que resultan del uso de estos combustibles en vehículos automotores, aeronaves, locomotoras, embarcaciones, centrales eléctricas de gas o petróleo, hornos residenciales e industriales, y otras formas de equipos que usan fuel para combustión.

Para reducir el contenido de azufre de diversas fracciones de los aceites de petróleo se han usado varias técnicas que incluyen procesos de transformación catalítica, tales como procesos de hidrodesulfuración y físico-químicos, tales como extracción con disolventes, alquilación, oxidación, precipitación, adsorción, y similares. Para este fin se usa comúnmente la hidro-desulfuración. Este proceso se basa en la hidrogenación catalítica de las especies de azufre para convertirlas en H₂S. No obstante, se sabe que la hidrodesulfuración funciona de manera eficiente sobre fracciones con un punto de ebullición inferior, tales como gasolina, nafta, queroseno y similares. En general, los sistemas catalizadores incluyen metales de transición, tales como Ni, Co, Mo, soportados sobre Al₂O₃. En el pasado se han llevado a cabo varios esfuerzos por proporcionar una técnica de hidrodesulfuración. Algunos ejemplos típicos de la técnica anterior se dan a conocer en los documentos US2516877, US2604436, US2697682, US2866751, US2866752, US2911359, US2992182, US3620968, US3668116, US4193864, US4328127, US4960506 y US5677259. La mayor parte de estos procesos son muy adecuados para el tratamiento de fracciones con un punto de ebullición inferior o aceites crudos. No obstante, su eficiencia cae cuando se tratan fracciones con un alto punto de ebullición o residuos de vacío. Esto es debido al hecho de que las fracciones de aceite con un punto de ebullición inferior contienen, principalmente, azufre en forma de mercaptanos o compuestos anulares con menos miembros, los cuales son relativamente más sencillos de desulfurar. No obstante, los aceites residuales o fracciones con alto punto de ebullición contienen especies de azufre que forman parte de los compuestos anulares más estables, tales como benzotiofenos sustituidos y derivados superiores o compuestos anulares de molécula grande que resultan extremadamente difíciles de desulfurar. Algunos ejemplos de la técnica anterior para tratar residuos por hidrodesulfuración incluyen los documentos US2640011, US2992182, US4328127 y US4576710. En la mayoría de los casos, los parámetros de tratamiento son extremos, es decir, uso de temperaturas elevadas por encima de 400°C y presiones por encima de 1.000 psig. Por otra parte, las eficiencias de desulfuración son bajas. Además, debido a estas condiciones difíciles de procesado, la hidrodesulfuración da como resultado la formación de coque, lo cual deriva en la desactivación de los sistemas catalizadores. Además, el proceso de hidrodesulfuración da como resultado la formación de H₂S, que, nuevamente, no se puede desechar debido a sus connotaciones medioambientales. Este H₂S necesita ser tratado adicionalmente por medio del proceso Claus a una temperatura elevada de aproximadamente 800°C en presencia de catalizador de Al₂O₃ para su conversión en azufre elemental.

Además de la hidrodesulfuración, existen otras diversas técnicas que se están explorando para la desulfuración de los aceites de petróleo. Estas incluyen procesos oxidativos, por adsorción, por extracción con disolventes y bioenzimáticos. Algunos ejemplos típicos de la técnica anterior relativos al proceso de desulfuración oxidativo se dan a conocer en los documentos US3816301, US3163593, US3413307, US3505210, US3816301, US3847800, US6274785, US6277271, US7144499, US7179368, US7276152, US7314545, US20050189261, US200600226049, US20080308463 y US20090148374. Los agentes oxidantes comunes usados son H₂O₂ o H₂O₂ en combinación con ácido acético y en presencia de un sistema catalizador oxidante. Además, como oxidante también se puede usar hidroperóxido de *tert*-butilo ya que el mismo tiende a ser soluble en aceite. En general, los procesos de adsorción usan absorbentes tales como arcilla, Al₂O₃, bauxita, sistemas de óxidos de metales de transición soportados sobre sílice o alúmina, zeolitas, carbón activado, etcétera. Algunos ejemplos típicos de estos procesos se dan a conocer en los documentos US2436550, US2537756, US2988499, US3620969, US4419224, US4695366, US5219542, US5310717, US6558533, US6500219, US7291259, US20030029777, US20030188993, US20060283780 y US20090000990. Los procesos de extracción con disolventes usan varios sistemas disolventes, tales como dimetil formamida, dimetil sulfóxido, fenoles, dicloroéteres, nitrobenzeno y similares. Algunos procesos típicos de la técnica anterior se dan a conocer en los documentos US2486519, US2623004, US2634230 y US3779895. No obstante, la mayoría de los procesos antes mencionados está destinada a la desulfuración de aceites crudos o fracciones con bajo punto de ebullición. De manera similar, la mayor parte de los procesos antes mencionados (excepto el bioenzimático) está destinada a centrarse y eliminar la molécula completa que contiene azufre en lugar de eliminar el átomo de azufre específicamente. Esto puede que no tenga un efecto significativo cuando se considera la desulfuración de aceite crudo o fracciones con un punto de ebullición inferior en la medida en la que el contenido de azufre neto es menor y, además, el azufre se distribuiría sobre un número pequeño de compuestos de bajo peso molecular. No obstante, en el caso de aceites residuales en los que el contenido de azufre puede ser de hasta entre el 4 y el 5%, el azufre parece estar distribuido esencialmente sobre una mayor parte de las moléculas contenidas en el aceite. Por tanto, la eliminación de la molécula completa que contiene azufre daría como resultado una pérdida sustancial de material de la parte de aceite.

Otro proceso de desulfuración del tipo mencionado se basa en el uso de metal alcalino, especialmente sodio metálico como agente desulfurante. En este proceso, el azufre se elimina principalmente en forma de un sulfuro metálico en lugar de eliminar la molécula completa que contiene azufre. Algunos ejemplos típicos de la técnica anterior de este proceso son los documentos US1938672, US1952616, US2902441, US3004912, US3093575, US3617530, US3755149, US3787315, US4003824, US4120779, US4123350, US4147612, US4248695, US4437980, US6210564, US7192516, US7507327, US7588680. Así, estos documentos describen la desulfuración de aceites crudos y aceites residuales por sodio metálico. El sodio metálico se puede usar como metal puro o en una aleación, soportado sobre especies inertes, o disuelto en disolvente tal como amoniaco. Además, estos procesos usan hidrógeno a presiones elevadas en combinación con el sodio metálico para la desulfuración. En algunos procesos, para la desulfuración se usan compuestos basados en sodio tales como

NaHS, NaNH_2 , y similares. Uno de los productos principales formados como reacción del sodio metálico con el azufre en el aceite aportado es sulfuro de sodio (Na_2S). Algunos de los documentos previamente mencionados de la técnica anterior describen también la regeneración de sodio a partir de Na_2S . Estos procesos revelan la eficacia de la desulfuración de azufre recalcitrante, especialmente de aquel de los aceites residuales con un alto punto de ebullición. No obstante, estos procesos de desulfuración basados en sodio están asociados a limitaciones, tales como un bajo rendimiento del aceite aportado desulfurado, la formación de una gran cantidad de lodo insoluble, la necesidad de hidrógeno y problemas de seguridad. La alta viscosidad inherente de los aceites pesados y los residuos de petróleo se lo pone difícil a las operaciones de procesado y separación anteriores y posteriores al proceso de desulfuración. Una gran cantidad de valioso aceite aportado residual permanece asociado al residuo precipitado de sulfuro de sodio o al sodio sin reaccionar en forma de un lodo altamente viscoso. Además, el lodo resulta extremadamente difícil de filtrar y separar debido a su inherente viscosidad y a su naturaleza pegajosa. Por lo tanto, se produce una pérdida sustancial de aportación durante el proceso, especialmente durante la filtración o separación. Además, debido a la densidad inferior del sodio metálico en comparación con la del aceite residual, el sodio metálico puede tender a flotar en la superficie del aceite y puede derivar en una situación peligrosa durante reacciones fallidas o durante un mezclado incompleto.

El documento GB441703 da a conocer un proceso para la desulfuración de aceites de petróleo, que comprende las siguientes etapas: transferir el aceite de petróleo a una cuba de reactor, adicionar sodio metálico sólido al aceite de petróleo en la cuba del reactor con una concentración de hasta el 20%, hacer reaccionar el aceite de petróleo con sodio a una temperatura en el intervalo comprendido entre 240 y 350°C bajo mezclado, enfriar la mezcla resultante, decantar y filtrar.

El documento US2007295640 da a conocer una composición para reducir la viscosidad de aceites pesados; naturaleza del disolvente de aceite de petróleo: alcanos, alquenos; alquenos cíclicos; n-hexano, ciclohexano, heptano, penteno, hexeno, hepteno; tolueno y xileno; y concentración del disolvente de aceite de petróleo: del 5 al 50%; la separación y recuperación del disolvente se lleva a cabo por destilación.

El documento US5935421 da a conocer un proceso para la desulfuración de aceites de petróleo, que comprende una etapa en la que se hace reaccionar sodio metálico sólido con el aceite en el intervalo de temperatura comprendido entre 260 y 400°C con una presión de hidrógeno de 690 a 4.825 kPa (100 a 700 psi) y durante la cantidad de tiempo de tratamiento de 2 a 90 minutos.

Por lo tanto, los procesos conocidos de desulfuración están asociados a una serie de limitaciones, tales como un bajo rendimiento del aceite de aportación desulfurado, la formación de una gran cantidad de lodo insoluble, la necesidad de hidrógeno y problemas de seguridad. La alta viscosidad inherente de los aceites pesados y los residuos de petróleo se lo pone difícil a las operaciones de procesado y separación anteriores y posteriores al proceso de desulfuración. Una gran cantidad de valioso aceite aportado residual permanece asociada al residuo precipitado de azufre o al sodio que no ha reaccionado, en forma de un lodo altamente viscoso. Además, el lodo resulta extremadamente difícil de filtrar y separar debido a su inherente viscosidad y a su naturaleza pegajosa. Se produce una pérdida sustancial de aportación durante el proceso, especialmente durante la filtración o separación. Además, se observó que los procesos de desulfuración basados en sodio dan como resultado la retención de sodio metálico en el aceite. La presencia de sodio metálico, incluso a una concentración tan baja como <100 ppm, da como resultado un cambio en la morfología del negro de carbón durante los procesos de fabricación. Por lo tanto, se percibe una necesidad de desarrollar un proceso para minimizar la pérdida de aportación durante la desulfuración de aceites de petróleo. La presente invención es un proceso mejorado para la desulfuración de aceite de petróleo, especialmente la desulfuración de aceite para fabricación de negro de carbón (CBFO), que reduce el contenido de azufre en el aceite.

Objetivos

Un objetivo de la presente exposición es proporcionar un proceso para la desulfuración de aceite para fabricación de negro de carbón, que proporciona un rendimiento mejorado y una alta calidad de aceite desulfurado.

Otro objetivo de la presente exposición es proporcionar un proceso para la desulfuración de aceite para fabricación de negro de carbón, con operaciones mejoradas de procesado y manipulación.

Todavía otro objetivo de la presente exposición es proporcionar un proceso para la desulfuración de aceite para fabricación de negro de carbón sin el uso de hidrógeno.

Otro objetivo de la presente exposición es proporcionar un proceso para un tratamiento adicional del aceite desulfurado con el fin de eliminar el contenido de sodio residual.

Sumario

De acuerdo con la presente exposición, según se especifica en la reivindicación 1, se proporciona un proceso para la desulfuración de aceites de petróleo, comprendiendo dicho proceso las siguientes etapas:

- 5 diluir aceite de petróleo con un disolvente orgánico de hidrocarburo seleccionado de entre un grupo que consiste en alcanos, alquenos, alquenos cíclicos y alquinos, para obtener una mezcla de aceite-disolvente, en donde la relación del disolvente orgánico con respecto al aceite de petróleo en la mezcla de aceite-disolvente está en el intervalo comprendido entre 50:50 y 20:80, sobre la base del peso en g de aceite de petróleo y el volumen en ml del disolvente orgánico de hidrocarburo en la mezcla;
- transferir la mezcla de aceite-disolvente a una cuba de reactor;
- 10 adicionar sodio metálico sólido a la mezcla de aceite-disolvente en el recipiente del reactor, en donde la concentración de sodio está entre el 0,1 y el 20% de la concentración de aceite de petróleo, en peso;
- hacer reaccionar la mezcla de aceite-disolvente con sodio a una temperatura en el intervalo comprendido entre 240 y 350 °C y una presión en el intervalo comprendido entre 101 y 3.550 kPa (0 a 500 psig) durante
- 15 15 minutos a 4 horas, bajo mezclado, para obtener una mezcla resultante;
- enfriar y asentar la mezcla resultante; y
- 20 decantar la mezcla enfriada y filtrar la solución decantada de aceite de petróleo desulfurado.
- Típicamente, de acuerdo con la presente exposición, el disolvente orgánico de hidrocarburo se selecciona de entre un grupo que consiste en n-hexano, ciclohexano, heptano, penteno, hexeno, hepteno, octeno, tolueno y xileno.
- 25 Preferentemente, de acuerdo con la presente exposición, el proceso incluye la etapa de purgar el recipiente del reactor con gas hidrógeno a una presión en el intervalo comprendido entre 101 y 3.550 kPa (0 a 500 psig).
- Típicamente, de acuerdo con la presente exposición, el proceso incluye la etapa de separar el disolvente orgánico del aceite de petróleo desulfurado mediante destilación.
- 30 Preferentemente, de acuerdo con la presente exposición, el proceso incluye la etapa de mezclar sodio con la mezcla de aceite-disolvente en el recipiente del reactor usando un mezclado de alta cizalla por medio de un mezclador seleccionado de entre un mezclador en línea, un mezclador mecánico, un bucle de bombeo recirculante (del inglés, *pump around loop*) y un mezclador ultrasónico.
- 35 De acuerdo con la presente exposición, se proporciona un proceso para eliminar sodio metálico residual, incluyendo dicho proceso las etapas de: tratar el aceite de petróleo desulfurado con ácido carboxílico a entre el 0,1 y el 10 % en un disolvente orgánico, en volumen, a una temperatura en el intervalo comprendido entre 50 y 150 °C durante 30 minutos a 90 minutos bajo agitación vigorosa; y filtrar la mezcla resultante para obtener aceite de petróleo desulfurado que tiene un contenido de sodio de entre 10 y 50 ppm.
- 40
- Típicamente, de acuerdo con la presente exposición, el ácido carboxílico se selecciona de entre ácido acético, ácido fórmico y ácido propiónico.
- 45 Preferentemente, de acuerdo con la presente exposición, el disolvente orgánico del ácido carboxílico se selecciona de entre alcanos, alquenos, alquenos cíclicos, alquinos y alcohol. Más preferentemente, el disolvente orgánico del ácido carboxílico es xileno.
- De acuerdo con la presente exposición, se proporciona un proceso para eliminar sodio metálico residual purgando el aceite de petróleo desulfurado con aire a una temperatura en el intervalo comprendido entre 30 y 150 °C.

Descripción detallada de la exposición

- 55 La presente exposición se refiere a un proceso para la desulfuración de aceite para fabricación de negro de carbón (CBFO). El aceite aportado (CBFO) tiene una alta viscosidad en condiciones ambientales. El proceso comprende diluir el aceite aportado con un disolvente orgánico adecuado, antes de la reacción de desulfuración. El disolvente orgánico se puede seleccionar de entre el grupo de disolventes de hidrocarburo que consiste en alcanos, alquenos, alquenos cíclicos y alquinos. De manera similar, para diluir el aceite aportado también se
- 60 pueden usar otros aceites, tales como gasolina, queroseno, aceite crudo y similares. El disolvente orgánico se selecciona, particularmente, de entre el grupo que consiste en n-hexano, ciclohexano, heptano, penteno, hexeno, hepteno, octeno, tolueno y xileno, preferentemente el disolvente es xileno. La relación del disolvente orgánico con respecto al aceite de petróleo en la mezcla de aceite-disolvente está en el intervalo comprendido entre 50:50 y 20:80, sobre la base del peso en g de aceite de petróleo y el volumen en ml del disolvente orgánico de hidrocarburo en la mezcla.
- 65

La materia de aportación al proceso de la presente exposición es aceite para fabricación de negro de carbón que tiene un contenido de azufre en el intervalo comprendido entre el 0,1% y el 20%. El proceso de la presente exposición también se puede usar para aceites de petróleo con fracciones con puntos de ebullición diversos. Además, el proceso de la presente exposición se puede usar para desulfurar alquitrán de hulla, aceite de esquisto u otros compuestos orgánicos portadores de azufre. El disolvente orgánico se elimina después del proceso de desulfuración. El presente proceso da como resultado un flujo desulfurado (después de la eliminación de xileno) con una reducción sustancial de la viscosidad. La formación de lodo insoluble (material inutilizable) debido a reacciones de polimerización de las especies desulfuradas se reduce debido a una mejora en la viscosidad del aceite aportado. Además, la mejora en la viscosidad del aceite aportado potencia el procesado de los aceites aportados que se requieren en aplicaciones, tales como la fabricación de producto de negro de carbón.

El proceso da como resultado una mejora de la calidad del aceite aportado, por medio de la reducción del contenido de asfaltenos en el aceite aportado. Los asfaltenos se consideran como los componentes insolubles en n-heptano, solubles en tolueno, de un material carbonoso, tal como aceite crudo, betún o carbón. Los asfaltenos son especies heteroatómicas de alto peso molecular que, en general, se consideran perjudiciales para la calidad del producto de negro de carbón procesado.

El proceso de la presente exposición se lleva a cabo en ausencia de hidrógeno a una presión en el intervalo comprendido entre 101 y 3.550 kPa (0 a 500 psig), esto da como resultado una mayor relación de C:H del aceite procesado, en comparación con procesos realizados en presencia de hidrógeno a alta presión. Esto resulta beneficioso para transformar la mayor parte del aceite procesado en negro de carbón, en la medida en la que el hidrógeno sale del proceso en forma de vapor de agua sin contribuir a la formación de producto. El proceso elimina humedad presente en el CBFO. En general, el CBFO contiene aproximadamente <1% de humedad. Se sabe que el Na metálico tiene fuerte afinidad con el agua y, por lo tanto, reacciona con humedad. El presente proceso usa sodio metálico en una concentración entre el 0,1 y el 20% de la concentración de aceite CBFO, en peso.

De este modo, la humedad presente en el CBFO se elimina completamente.

En un aspecto de la presente exposición, el proceso se lleva a cabo en presencia de hidrógeno. El hidrógeno adicionado podría estar en el intervalo de 101 a 3.550 kPa (0 a 500 psig), preferentemente en el intervalo de 101 a 2.170 kPa (0 a 300 psig), y, más preferentemente, en el intervalo de 101 a 791 kPa (0 a 100 psig). Adicionalmente el hidrógeno puede no estar presente en forma de sistema cerrado, es decir, sin presión de hidrógeno o un sistema sin presión en general. De este modo, se podría adicionar en un flujo continuo o semicontinuo de gas hidrógeno.

El proceso de desulfuración de la presente exposición proporciona sulfuro de sodio cristalino como subproducto. El subproducto así formado resulta más sencillo de separar y filtrar y, por tanto, da como resultado una mejor recuperación del aceite desulfurado así como una mejor eficiencia de separación y procesado del aceite desulfurado.

Uno de los aspectos importantes de la presente exposición es que proporciona un proceso para reducir el tamaño del sodio dispersado – en forma de partículas sólidas o fundido como pequeñas gotas. Una dispersión más fina del sodio metálico hace que aumente la eficiencia del proceso de desulfuración. En el proceso convencional, el subproducto, sulfuro de sodio, tiende a cubrir la superficie de sodio metálico reduciendo así la eficiencia del proceso. Por lo tanto, se proporciona un mezclado, preferentemente un mezclado de alta cizalla, durante un espacio de tiempo en el intervalo de 15 minutos a 4 horas a una temperatura en el intervalo de 240 a 350 °C; el mezclado de alta cizalla provoca la rotura del sulfuro de sodio y proporciona, por tanto, nuevas superficies de sodio para potenciar la reacción. Puede usarse cualquier forma de mezclado, tal como un mezclador en línea, un bucle de flujo recirculante, un mezclador mecánico, o un mezclador ultrasónico, que proporcione la cantidad requerida de dispersión al sodio metálico.

En ausencia de hidrógeno, se produce una formación de lodo insoluble (material inutilizable) debido a las reacciones de polimerización entre las especies desulfuradas.

Además, el CBFO puro tiene una viscosidad elevada de aproximadamente 1.500 MPa.s (1.500 cP) en condiciones ambientales. El proceso de la presente exposición da como resultado un flujo desulfurado (después de la eliminación de xileno/disolvente) que presenta una reducción sustancial de viscosidad al intervalo de 100 a 150 MPa.s (100 a 150 cP) en condiciones ambientales. De este modo, el efecto total es que el proceso de desulfuración se lleva a cabo en ausencia de hidrógeno, y da como resultado una menor pérdida de aceite aportado provocada por la formación de lodo insoluble así como una mejora en la viscosidad del aceite aportado, lo cual se espera adicionalmente que mejore las características del producto procesado de negro de carbón. Además, si el proceso se lleva a cabo en presencia de hidrógeno, se puede producir una reducción del contenido aromático de la aportación debido a la hidrogenación (relación reducida de C:H), dando como resultado un menor rendimiento del producto de negro de carbón. De este modo, si el proceso se lleva a cabo en ausencia de

hidrógeno, la relación de C:H de la aportación tratada se incrementaría, haciendo que aumentase, así, el rendimiento del producto de negro de carbón. Puede señalarse que el proceso de la presente exposición también se puede ampliar por medio de la ejecución de la desulfuración con Na y disolvente orgánico, junto con hidrógeno. Estos resultados con la presencia simultánea de disolvente orgánico e hidrógeno antes de la desulfuración también presentan beneficios en términos de calidad y rendimiento del producto, en donde el rendimiento del aceite aportado desulfurado es superior a entre el 15 y el 20 % por comparación a los procesos conocidos. Por lo tanto, el alcance de nuestro proceso se podría ampliar adicionalmente como proceso mejorado de desulfuración que conlleva un uso simultáneo de disolvente orgánico e hidrógeno, aunque en una combinación optimizada (o ausencia) de cada uno de los reactivos.

Otro aspecto del proceso de la presente exposición es la formación de subproductos y el procesado después de la reacción de desulfuración. La desulfuración de aceite aportado, usando Na metálico, da como resultado la formación de Na_2S como subproducto. No obstante, se pierde una gran cantidad de CBFO residual valioso en la medida en la que el mismo permanece asociado a este residuo de Na_2S o a sodio que no ha reaccionado, en forma de un lodo altamente viscoso. La presencia de disolvente orgánico en el aceite aportado antes de la reacción de desulfuración, da como resultado la formación de un subproducto cristalino y puro. Este producto resulta más sencillo de separar y filtrar ya que se produce una pérdida de CBFO sustancialmente menor. Esto da como resultado una mejor recuperación del aceite desulfurado, así como una mejor eficiencia de separación y procesado tras la reacción de desulfuración.

La presente exposición usa un aparato de mezclado de alta cizalla destinado a reducir el tamaño del sodio dispersado – en forma de partículas sólidas o fundido como pequeñas gotas. Esto proporciona una dispersión más fina del sodio metálico en el aceite aportado lo cual hace que aumente la eficiencia de desulfuración del proceso. En segundo lugar, durante el proceso de desulfuración, el subproducto formado tiende a cubrir la superficie del sodio metálico, reduciendo así la eficiencia. El mezclado de alta cizalla ayuda a romper estas superficies y a aportar nuevas superficies de sodio para potenciar la reacción. Puede usarse cualquier forma de mezclado, tal como un mezclador en línea, un bucle de flujo recirculante, un mezclador mecánico, o un mezclador ultrasónico, que proporcione la cantidad requerida de dispersión al sodio metálico.

El aceite para fabricación de negro de carbón es altamente viscoso, con una viscosidad superior a 1.500 mPa.s (1.500 cP) en condiciones ambientales. La adición de disolvente orgánico antes de la desulfuración reduce su viscosidad en un nivel sustancial (inferior a 50 mPa.s (50 cP) en condiciones ambientales, en función de la cantidad de disolvente adicionado), consiguiendo que su transferencia y manipulación sea más sencilla, así como facilitando un mejor mezclado y contacto con otros reactivos. Aparte de la viscosidad, la densidad del CBFO es también alta, típicamente entre 1,01 y 1,08 g/cm^3 . La densidad del sodio sólido a 30 °C es aproximadamente 0,96 g/cm^3 y la correspondiente del sodio fundido es aproximadamente 0,927 g/cm^3 . Por tanto, existe una tendencia a que el sodio permanezca flotando en la parte superior de la superficie del CBFO. De este modo, para ejecutar la reacción, hay que garantizar que el sodio permanece bien sumergido en el líquido, principalmente por medio de un mecanismo de agitación continua. Esto puede derivar en problemas de seguridad importantes en caso de que la agitación falle o cada vez que falle la reacción. El resultado será que todo el sodio (debido a la baja densidad) subirá hasta la parte superior de la aportación y puede entrar en contacto con la humedad atmosférica. La adición de una cantidad adecuada de disolvente orgánico (por ejemplo, xileno, con una densidad de aproximadamente 0,86 g/cm^3), hace que la densidad del CBFO se reduzca a menos que la correspondiente del sodio y garantiza que todo el sodio permanezca bien sumergido en la aportación líquida en todo el momento.

Se da a conocer también un proceso para la eliminación de sodio metálico residual del aceite desulfurado. Durante el proceso de desulfuración, el sodio metálico se dispersa finamente en el aceite. Después de que se complete el proceso de desulfuración, parte del sodio metálico permanece invariablemente en el sistema o bien en forma de una suspensión o bien unido a la cadena molecular en el aceite. La separación o eliminación de este sodio del sistema oleoso resulta notablemente difícil por medio de procesos mecánicos puros. La presencia de este sodio residual incluso en cantidades a nivel de trazas tiene serias implicaciones sobre la calidad total del producto para la industria del negro de carbón. El proceso de la presente exposición usa ácido acético en la mezcla de disolvente orgánico. La función del ácido acético es la de captar el sodio metálico, y el disolvente orgánico promueve un mejor mezclado entre la materia prima de aceite y el ácido acético. Alternativamente, aparte de ácido acético, pueden usarse varios ácidos carboxílicos, tales como ácido fórmico, ácido propanoico y mezclas de los mismos. Adicionalmente, para captar el sodio también se pueden usar etanol y alcoholes de ese tipo. Todavía adicionalmente, la eliminación del sodio residual se logró también purgando el aceite con aire a temperaturas elevadas entre 30 y 150 °C. Dicho tratamiento no se limita a aire solo, y abarcaría otros agentes gaseosos, tales como oxígeno, ozono, etcétera.

A continuación se describirá la exposición en referencia a los siguientes ejemplos los cuales no limitan el alcance ni el ámbito de la misma. La descripción aportada se realiza únicamente a título ilustrativo.

Ejemplo 1

Los experimentos se llevaron a cabo sobre mezclas de CBFO y xileno de proporción variable, para evaluar el efecto de la cantidad de xileno sobre el rendimiento del CBFO. La totalidad de los tres ejemplos siguientes (enumerados en la TABLA 1) se ejecutó en presencia de atmósfera de hidrógeno. En el ejemplo 1, 150 g de CBFO se mezclaron con 150 ml de xileno. Esto dio como resultado la mezcla en forma de CBFS : Xileno = 50 : 50 (basado en peso : volumen). La solución se mezcló minuciosamente y, a continuación, se transfirió a un reactor de alta presión. Se pesaron por separado 9 g de sodio metálico. A continuación, el sodio metálico se cortó en trozos pequeños de 0,5 a 1,0 cm y se adicionó a la solución de CBFS/xileno en el reactor. El recipiente del reactor en primer lugar se purgó con nitrógeno para eliminar el aire, y, a continuación, el recipiente se purgó con gas hidrógeno. A continuación, el reactor se presurizó hasta 2.170 kPa (300 psig) con hidrógeno. Posteriormente, el reactor se calentó a una temperatura de 290 °C. La reacción se llevó a cabo a esta temperatura durante un periodo de 4 h. La solución completa se dejó enfriar a temperatura ambiente y, a continuación, el CBFO se decantó. La solución decantada se filtró y se analizó en relación con el contenido de azufre por XRF (Espectroscopia por Fluorescencia de Rayos X). De manera similar, el proceso de desulfuración se llevó a cabo para otras relaciones variables de CBFO : Xileno, concretamente, 70:30, 80:20 (tal como se muestra en los ejemplos 2 y 3 de la TABLA 1). Los resultados con respecto a estas diferentes composiciones se tabulan en la TABLA 1. El contenido usado de CBFO, xileno y sodio también se tabula a continuación, junto con la eficiencia de desulfuración para cada una de las diferentes relaciones de CBFS:Xileno.

TABLA 1

Ej.	Cantidad de CBFO (g)	Cantidad de Xileno (ml)	Relación de CBFS:Xileno (g:ml)	Cantidad de Na (g)	Temp. (°C)	Tiempo (h)	Desul. (%)	Presión Inicial kPa (psig)
1.	150	150	50:50	9,0	290	4	86	2.170 (300)
2.	210	90	70:30	13,5	290	4	70	2.170 (300)
3.	240	60	80:20	15,5	290	4	75	2.170 (300)

Se observó que, en todos los casos, se obtuvo una desulfuración de más del 70%.

Viscosidad

La muestra del ejemplo 2, después de la desulfuración y la destilación de xileno, se analizó en relación con la viscosidad en función de la temperatura. La muestra inicialmente se calentó a aproximadamente 175 °C y las mediciones de viscosidad se anotaron a diferentes temperaturas a medida que la muestra se enfriaba. De manera similar, se anotaron mediciones para una segunda muestra de GBFO no tratado o bruto. Los resultados se tabulan en la TABLA 2.

TABLA 2

n.º de serie	Temp	CBFO-No tratado	CBOF-Tratado
		mPa.s (cP)	mPa.s (cP)
1.	150°C	20	14
2.	100°C	53	23
3.	50°C	280	70
4.	35°C	2.800	120

De este modo, se observó que se obtuvo una reducción sustancial en la viscosidad de la muestra desulfurada especialmente en el intervalo de temperaturas más bajas inferiores a 50 °C. Las ventajas básicas de la reducción de la viscosidad podrían incluir un procesamiento más sencillo del aceite, y con ello una reducción en el coste energético así como una mejora en la calidad del producto de negro de carbón debido a la formación de gotitas más finas durante el proceso de nebulización.

Contenido de asfaltenos

Las muestras se sometieron adicionalmente a ensayo en relación con el contenido de asfaltenos del aceite. Se observa que los asfaltenos son perjudiciales para la calidad del negro de carbón así como para los procesos de fabricación durante la formación de negro de carbón. De este modo, el contenido de asfaltenos para aceite tratado y aceite no tratado se obtuvo determinando el contenido insoluble en n-heptano en los dos aceites. Se observó que el contenido de asfaltenos del aceite no tratado fue del 10,59 %. No obstante, el contenido de asfaltenos del aceite tratado se redujo sustancialmente al 4,65 %. Esto indicó que nuestro proceso tiene la capacidad de reducir el contenido de asfaltenos en más del 50 %.

Ejemplo 2

Se llevaron a cabo experimentos sucesivos para optimizar los parámetros de tiempo, temperatura y presión para el proceso de desulfuración. Se decidió que estos estudios se realizarían sobre la relación de CBFO : Xileno de 70 : 30. Estos estudios de optimización se describen en los ejemplos 4 a 11 enumerados en la TABLA 3.

La siguiente TABLA 3 describe el efecto de la temperatura sobre la eficiencia de la desulfuración. De este modo, en cada uno de los casos la relación de CBFO : Xileno se mantiene constante a 70 : 30. El lote contenía 210 g de CBFO y 90 ml de xileno. En cada una de las muestras se adicionaron 13,5 g de sodio metálico. Todos los reactivos se metieron en el recipiente del reactor de alta presión y a continuación se presurizaron con hidrógeno (aproximadamente 2.170 kPa (300 psig)). Las reacciones se llevaron a cabo a una temperatura de 290 °C con diferentes intervalos de tiempo de residencia de 3 h, 1 h, 45 min, 30 min y 10 min para los ejemplos 4 a 8, respectivamente. A continuación, el reactor se enfrió, y el CBFO se decantó y se analizó, para cada uno de los casos, por XRF. Estos resultados de desulfuración se tabulan en la TABLA 3. Se observó que la eficiencia de desulfuración permanece prácticamente igual para los espacios de tiempo de residencia de 3 h, 1 h, y 45 min respectivamente, con una eficiencia de desulfuración global del 70 %. No obstante, la eficiencia de desulfuración se reduce drásticamente al 59 y el 50 % para un tiempo de residencia reducido de 30 min y 10 min, respectivamente.

Tabla 3

Ej.	Concentración (CBFO:Xileno) peso vs vol.	Cantidad de Na (g)	Tiempo	Temperatura	Presión de Hidrógeno	% desulfuración
4.	70:30	13,5	3 h	290°C	2.710 kPa (300 psig)	70
5.	70:30	13,5	1 h	290°C	2.710 kPa (300 psig)	70
6.	70:30	13,5	45 min	290°C	2.710 kPa (300 psig)	68
7.	70:30	13,5	30 min	290°C	2.710 kPa (300 psig)	59
8.	70:30	13,5	10 min	290°C	2.710 kPa (300 psig)	50
9.	70:30	13,5	1 h	290°C	2.710 kPa (300 psig)	10
10.	70:30	13,5	1 h	290°C	3.550 kPa (500 psig)	70
11.	70:30	13,5	1 h	290°C	791 kPa (100 psig)	62

Además, la desulfuración se llevó a cabo a una temperatura reducida de 240 °C, para entender el efecto de la temperatura sobre la eficiencia de desulfuración. De este modo, en el ejemplo 9, en el reactor de alta presión se introdujeron cantidades adecuadas de mezcla de CBFO : Xileno (70:30). Se adicionaron 13,5 g de Na metálico y el reactor se presurizó con hidrógeno a una presión de aproximadamente 2.170 kPa (300 psig). A continuación, el reactor se calentó a una temperatura de 240 °C con un tiempo de residencia de 1 h. El reactor de enfrió y el CBFO se decantó y se analizó en relación con el contenido de azufre. En este caso se obtuvo una eficiencia de desulfuración del 10 % lo cual sugería que la temperatura mínima a la que se podía llevar a cabo una desulfuración efectiva era 240°C.

Estos estudios se ampliaron adicionalmente para entender el efecto de la presión parcial de hidrógeno sobre la eficiencia de la desulfuración.

En los ejemplos 10 y 11 se mantuvieron presiones diferentes de hidrógeno de 3.550 kPa (500 psig) y 791 kPa (100 psig). La temperatura se elevó a 290 °C con un tiempo de residencia de aproximadamente 1 h. El reactor se enfrió y las muestras se decantaron y analizaron en relación con el contenido de azufre. Se observó que se produjo solamente una mejora marginal en la eficiencia global de desulfuración con presiones parciales altas de hidrógeno.

De este modo, se observó que la temperatura mínima requerida para la reacción de desulfuración fue de aproximadamente 250 °C. Además, se halló que, para que se produjese una desulfuración óptima, era suficiente con un tiempo de residencia de 1 h. Se observó también que el tiempo de residencia se podía reducir adicionalmente incrementando el contenido de sodio por encima del valor estequiométrico o también por medio del aumento de la temperatura de reacción a por encima de 300°C. No se observó que el efecto de la presión parcial de hidrógeno afectase significativamente a la eficiencia de desulfuración.

Ejemplo 3

Se llevaron a cabo experimentos de desulfuración en presencia y ausencia de hidrógeno y xileno. Se observó que la presencia de xileno tiene un impacto significativo sobre el procesado así como sobre la formación de subproductos. De manera similar, era importante entender el efecto del hidrógeno sobre el proceso de desulfuración total. De este modo, con el fin de estudiar el efecto del hidrógeno y el xileno individualmente y también en combinación, se investigaron los siguientes esquemas: ejemplo 12 – desulfuración en presencia de

xileno y en ausencia de H₂; ejemplo 13 – desulfuración en presencia de xileno y en presencia de H₂; ejemplo 14 – desulfuración en ausencia de xileno y en ausencia de H₂.

5 En el caso del ejemplo 12, 210 g de CBFO y 90 ml de xileno se introdujeron en el reactor de alta presión. No se
 10 adiciónó hidrógeno al reactor. Para el ejemplo 13, 210 g de CBFO y 90 ml de xileno se introdujeron en el reactor
 de alta presión, y aproximadamente 2.170 kPa (300 psig) de hidrógeno se adicionaron al reactor. Para el ejemplo
 14, se tomaron 210 g de CBFO y no se adiciónó ni xileno e hidrógeno. En la totalidad de los ejemplos 12 a 14, se
 adiciónó una cantidad estequiométrica de sodio metálico. La temperatura de la reacción se mantuvo a 290 °C
 durante un tiempo de residencia de 1 h. De este modo, después de la reacción, las muestras se enfriaron y
 decantaron para cada uno de los casos. Todos los esquemas dieron como resultado CBFO libre y lodo (Na₂S +
 CBFO) en proporciones variables. El CBFO decantado se pesó; los rendimientos se aportan en la TABLA 4.

Tabla 4

Ej.	Composición	Rendimiento de CBFO desulfurado (%)
12.	Sin H ₂ + Xileno	72
13.	H ₂ + Xileno	78
14.	Sin H ₂ + Sin Xileno	54

15 Se observó que cuando se usaba xileno el rendimiento de CBFO era mayor en comparación con cuando no se
 adicionaba xileno. Además, para reducir el contenido de sodio del aceite desulfurado, se preparó una mezcla al
 5% de ácido acético en xileno. La solución de ácido acético se adiciónó al aceite tratado o desulfurado. A
 20 continuación, la mezcla se calentó a 100°C durante 1 h bajo agitación vigorosa. La mezcla a continuación se dejó
 a enfriar y se filtró. El tratamiento dio como resultado una reducción significativa del contenido de sodio desde
 2.000 ppm a < 50 ppm. Alternativamente, el tratamiento de aceite desulfurado también se puede lograr purgando
 el aceite con aire bajo temperaturas elevadas. Para ello, 100 ml de CBFO desulfurado se introdujeron en un tubo
 de vidrio para tratamiento con aire y, en este tubo, se purgó continuamente aire comprimido durante un periodo
 25 de 30 minutos. Este aire reacciona con el exceso de Na presente en el aceite para formar una masa precipitada
 que se puede filtrar. Se observó que este tratamiento dio como resultado una reducción del contenido de Na en
 aproximadamente un 50 % (de 2.000 ppm a 900 ppm). Además, para optimizar el tratamiento, se llevó a cabo la
 misma reacción a una temperatura elevada a 50°C. Se halló que el tratamiento daba como resultado una
 reducción significativa del contenido de Na en aproximadamente un 96% (de 2.200 ppm a 90 ppm).

30 Se llevaron a cabo experimentos para comprobar el efecto de un mezclado con una fuerte cizalla en que se
 mezclaron muestras con un mezclado de baja agitación (200 a 300 rpm) con un agitador que tenía palas de
 bordes romos (realizadas con Teflón/plástico), y se mezclaron muestras con velocidades superiores de agitación
 (700 a 800 rpm) mezclando en un reactor par con palas metálicas con bordes relativamente afilados. Se observó
 35 que se obtenía una desulfuración mayor cuando el agitador tenía la capacidad de romper las partículas de Na₂S
 que se forman y de aportar nuevas superficies de Na metálico en contacto con el CBFO para lograr una reacción
 adicional.

Ventajas técnicas

40 Un proceso para la desulfuración de aceite para fabricación de negro de carbón, según se describe en la
 presente exposición, tiene varias ventajas técnicas que incluyen, aunque sin carácter limitativo, la materialización
 de: el proceso no requiere hidrógeno; el proceso no requiere condiciones de alta presión; el proceso reduce la
 pérdida de aceite aportado; el proceso proporciona una reducción en el contenido de asfaltenos del aceite de
 45 petróleo en >50%; el proceso mejora la viscosidad del aceite desulfurado a < 200 mPa.s (cP); el proceso reduce
 el contenido de sodio residual a < 10 ppm; el proceso mejora las condiciones de procesado y de manipulación
 del CBFO; el proceso proporciona una filtración y una separación sencillas del aceite desulfurado y de
 subproductos del mismo; y el proceso es seguro en la medida en la que disminuye la densidad del aceite en
 comparación con el sodio metálico.

50 En toda esta memoria descriptiva se entenderá que el vocablo “comprender”, o variantes, tales como
 “comprende” o “comprendiendo”, implica la inclusión de un elemento, entero o etapa, o grupo de elementos,
 enteros o etapas mencionados, pero no la exclusión de ningún otro elemento, entero o etapa, o grupo de
 elementos enteros o etapas.

55 El uso de la expresión “por lo menos” o “por lo menos un” sugiere el uso de uno o más elementos o ingredientes
 o cantidades, en la medida en la que el uso, en la forma de realización de la invención, puede estar destinado a
 lograr uno o más de los objetivos o resultados deseados.

60 Cualquier descripción de documentos, acciones, materiales, dispositivos, artículos o similares que se haya
 incluido en esta memoria descriptiva tiene la mera finalidad de proporcionar un contexto para la invención. No
 debe considerarse como una admisión de que alguna o la totalidad de estas materias forma parte de la técnica

anterior básica o constituía conocimiento general común en el campo pertinente para la invención porque existía en cualquier lugar antes de la fecha de prioridad de esta solicitud.

5 Los valores numéricos mencionados para las diversas cantidades, dimensiones o parámetros físicos son únicamente aproximaciones, y se prevé que los valores superiores/inferiores a los valores numéricos asignados a los parámetros, dimensiones o cantidades se sitúen dentro del alcance de la exposición, a no ser que, en la memoria descriptiva, aparezca una mención específica de lo contrario. Siempre que se especifique un intervalo de valores, en el alcance de la exposición se incluye un valor de hasta un 10% por debajo y por encima, respectivamente, del valor numérico más bajo y más alto del intervalo especificado.

10

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la desulfuración de aceites de petróleo, comprendiendo dicho proceso las etapas siguientes:

- 5 diluir aceite de petróleo con un disolvente orgánico de hidrocarburo seleccionado de entre el grupo que consiste en alcanos, alquenos, alquenos cíclicos y alquinos, para obtener una mezcla de aceite-disolvente, estando la relación del disolvente orgánico con respecto al aceite de petróleo en la mezcla de aceite-disolvente en el intervalo comprendido entre 50:50 y 20:80, sobre la base del peso en g de aceite de petróleo y el volumen en ml del disolvente orgánico de hidrocarburo en la mezcla;
- 10 transferir la mezcla de aceite-disolvente a un recipiente de reactor;
- adicionar sodio metálico sólido a la mezcla de aceite-disolvente en el recipiente del reactor, estando la concentración de sodio comprendida entre el 0,1 y el 20% de la concentración de aceite de petróleo, en peso;
- 15 hacer reaccionar la mezcla de aceite-disolvente con sodio a una temperatura en el intervalo comprendido entre 240 y 350 °C y una presión en el intervalo comprendido entre 101 y 3.550 kPa (0 a 500 psig) durante 15 minutos a 4 horas bajo mezclado para obtener una mezcla resultante;
- 20 enfriar y asentar la mezcla resultante; y
- decantar la mezcla enfriada y filtrar la solución decantada de aceite de petróleo desulfurado.
- 25 2. Proceso según la reivindicación 1, en el que el disolvente orgánico de hidrocarburo se selecciona de entre el grupo que consiste en n-hexano, ciclohexano, heptano, penteno, hexeno, hepteno, octeno, tolueno y xileno.
3. Proceso según la reivindicación 1, que incluye la etapa de purgar el recipiente del reactor con gas hidrógeno a una presión en el intervalo comprendido entre 101 y 3.550 kPa (0 a 500 psig).
- 30 4. Proceso según la reivindicación 1, que incluye la etapa de separar el disolvente orgánico del aceite de petróleo desulfurado mediante destilación.
5. Proceso según la reivindicación 1, que incluye la etapa de mezclar sodio con la mezcla de aceite-disolvente en el recipiente del reactor usando un mezclado de alta cizalla por medio de un mezclador seleccionado de entre un mezclador en línea, un mezclador mecánico, un bucle de bombeo recirculante y un mezclador ultrasónico.
- 35 6. Proceso según la reivindicación 1, que incluye la etapa de eliminar sodio metálico residual mediante:
- tratamiento del aceite de petróleo desulfurado con ácido carboxílico a entre el 0,1 y el 10 % en un disolvente orgánico, en volumen, a una temperatura en el intervalo comprendido entre 50 y 150 °C durante 30 minutos a 90 minutos bajo agitación vigorosa; y
- 40 filtración de la mezcla resultante para obtener aceite de petróleo desulfurado que tiene un contenido de sodio comprendido entre 10 y 50 ppm.
- 45 7. Proceso según la reivindicación 6, en el que el ácido carboxílico se selecciona de entre ácido acético, ácido fórmico y ácido propiónico.
8. Proceso según la reivindicación 6, en el que el disolvente orgánico del ácido carboxílico se selecciona de entre alcanos, alquenos, alquenos cíclicos, alquinos y alcohol.
- 50 9. Proceso según la reivindicación 6, en el que el disolvente orgánico del ácido carboxílico es xileno.
10. Proceso según la reivindicación 1, que incluye la etapa de eliminar sodio metálico residual purgando el aceite de petróleo desulfurado con aire a una temperatura en el intervalo comprendido entre 30 y 150 °C.
- 55