

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 750**

51 Int. Cl.:

**C07C 319/30** (2006.01)

**C07C 321/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.03.2015 PCT/IB2015/051846**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.09.2015 WO15136491**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.03.2015 E 15761919 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.01.2019 EP 3116853**

54 Título: **Proceso para la retirada de sodio de aceite de disulfuro**

30 Prioridad:

**14.03.2014 IN 852MU2014**

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

**12.07.2019**

73 Titular/es:

**RELIANCE INDUSTRIES LIMITED (100.0%)  
3rd Floor, Maker Chamber-IV, 222 Nariman Point  
Mumbai 400 021 Maharashtra, IN**

72 Inventor/es:

**SHOWN, BISWAJIT;  
MURTHY, NAGARATHINAM SHENBAGA;  
DAS, ASIT KUMAR;  
GHOSH, SWAPAN;  
DAS, BIDHAYAK;  
DONGARA, RAJESHWER;  
RAY, ANIRBAN;  
PANSERIYA, CHIRAG DALPATBHAI;  
SIVATHANU RAMALAKSHMI, UDAYAN y  
KATHIRIA, ATUL**

74 Agente/Representante:

**PONS ARIÑO, Ángel**

ES 2 719 750 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 retirada de sodio de aceite de disulfuro

### 5 Campo de la divulgación

La presente divulgación se refiere a un proceso para la obtención de aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm.

### 10 Antecedentes

El aceite de disulfuro (aceite de azufre) es un producto secundario de bajo valor del proceso de desulfuración de los gases licuados del petróleo (GLP). Durante el proceso de desulfuración de los GLP, los GLP cargados de mercaptano se tratan con una solución de NaOH en presencia de un catalizador homogéneo para extraer los mercaptanos de los GLP. El aceite de disulfuro que se produce como residuo o como corriente de producto secundario durante el proceso de desulfuración de los GLP comprende una concentración relativamente alta de sodio que hace el aceite de disulfuro inapropiado para una diversidad de aplicaciones. La concentración relativamente alta de sodio se puede deber a la presencia de R-S-Na sin reaccionar o se puede deber a la formación de una microemulsión de R-S-S-R con la solución de NaOH. El aceite de disulfuro obtenido a partir del proceso de desulfuración de los GLP se envía a un hidrotizador para un procesamiento adicional como corriente de bajo valor. A pesar del hecho de que el aceite de disulfuro comprende una concentración relativamente alta de sodio, la presencia de un mínimo de un 60 % de azufre lo hace un sustituto potencial para una diversidad de compuestos químicos de alto valor que contienen azufre que se usan en una diversidad de aplicaciones. Sin embargo, la presencia de una concentración relativamente alta de sodio evita su uso en otras aplicaciones.

25

### Conocimiento existente

Entre las diversas aplicaciones conocidas de los compuestos que contienen azufre, su uso como aditivo para reducir/prevenir la formación de coque en la superficie de bobinas metálicas de reactores de craqueo es una aplicación altamente deseable. Además, también es bien conocido su uso como agente de sulfuración/pre-sulfuración para catalizadores usados en hidrocraqueadores e hidrotizadores en refinerías y en el hidropcesamiento de aceites vegetales no comestibles para producir biocombustibles. Entre los diversos compuestos que contienen azufre conocidos por usarse como aditivos antiforración de coque y/o agentes de sulfuración, se conoce bien el uso de los sulfuros de dialquilo y los disulfuros de dialquilo. Sin embargo, la mayor desventaja asociada al uso de tales compuestos es su coste elevado. Además, también se recomienda un cuidado apropiado para los ensayos comerciales de los mismos de modo que se eviten sus efectos perjudiciales en los procesos corriente abajo.

40

El documento de Publicación PCT n.º 2005/111175 desvela el uso de un aceite de azufre que es una mezcla de disulfuros orgánicos que tienen C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> para la inhibición de la formación de coque en la superficie y/o las bobinas de un horno de pirólisis. El aceite de azufre que se usa en el proceso de la solicitud PCT mencionada anteriormente es un producto de bajo valor obtenido a partir de las unidades de oxidación de mercaptano de GLP y comprende una concentración relativamente alta de sodio (aproximadamente 1 ppm). La presencia de un nivel relativamente alto de sodio en el aceite de azufre puede ser perjudicial para las reacciones en las que se usa el aceite de azufre.

45

En un proceso de craqueo térmico, cuando se usa aceite de disulfuro (aceite de azufre) como agente antiforración de coque, el mayor contenido de sodio (es decir,  $\geq 1$  ppm) contenido en el mismo forma óxido de sodio y se deposita sobre la superficie del tubo calentador como capa pasiva que inhibe la transferencia de calor y da como resultado la formación de coque en el tubo calentador. En un reactor hidrotérmico, la alta cantidad de sodio presente en el aceite de disulfuro reacciona con el catalizador de craqueo hidrotérmico y forma una capa de aluminato de sodio en los sitios activos del catalizador. Alternativamente, el sodio reacciona con los metales activos presentes en la composición de catalizador y forma una aleación que finalmente conduce a una reducción de la actividad catalítica.

50

Por lo tanto, a pesar de establecerse como una alternativa económica excelente a los agentes antiforración de coque y los agentes de sulfuración conocidos convencionalmente, la presencia de sodio a un nivel de aproximadamente 1 ppm en el aceite de disulfuro previene su uso adicional.

55

Por lo tanto, existe la necesidad de proporcionar un proceso para la retirada de sodio del aceite de disulfuro (aceite de azufre) producido como residuo o como corriente de producto secundario durante el proceso de desulfuración de los GLP con el fin de proporcionar una alternativa a los compuestos que contienen azufre existentes que sea económica y un proceso favorable para una diversidad de aplicaciones.

60

### Objetivos

65 Algunos de los objetivos de la presente divulgación, que se adapta para proporcionar al menos una realización, se describen a continuación en el presente documento:

Un objetivo de la presente divulgación es mejorar uno o más problemas de la técnica anterior o al menos proporcionar una alternativa útil.

5 Otro objetivo de la presente divulgación es proporcionar un proceso para la obtención de un aceite de disulfuro (aceite de azufre) que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm, obteniéndose el aceite de disulfuro como residuo o como corriente de producto secundario a partir de un proceso de desulfuración de GLP.

10 Aún otro objetivo de la presente divulgación es proporcionar un proceso para la obtención de un aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm; siendo el proceso muy sencillo, eficaz y económico.

Otro objetivo más de la presente divulgación es proporcionar una alternativa útil y económica a los aditivos antifusión de coque y los agentes de sulfuración existentes que se usan en una diversidad de procesos que incluyen, pero no se limitan a, hidrotatamiento e hidroprocesamiento.

15 Otros objetivos y ventajas de la presente invención serán más evidentes a partir de la siguiente descripción que no se pretende que limite el ámbito de la presente invención.

### Sumario

20 En un aspecto, la presente divulgación proporciona un proceso para la obtención de un aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm, comprendiendo dicho proceso hacer pasar una corriente que comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio de 1 ppm a través de un lecho de alúmina empaquetado en una columna, a una velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) que varía de 0,5 a 5,0 h<sup>-1</sup> y a una temperatura predeterminada para obtener una corriente tratada que comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm.

25 La velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) puede variar de 0,5 a 2 h<sup>-1</sup>.

En una realización, la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) varía de 1,0 a 1,5 h<sup>-1</sup>.

30 La temperatura predeterminada puede variar de 10 a 40 °C.

En una realización, la temperatura predeterminada varía de 20 a 30 °C.

35 La corriente tratada que comprende aceite de disulfuro puede tener un nivel de sodio inferior a 0,05 ppm.

En una realización, la corriente tratada que comprende aceite de disulfuro tiene un nivel de sodio inferior a 0,02 ppm.

En otra realización, la corriente tratada que comprende aceite de disulfuro tiene un nivel de sodio de 0,01 ppm.

40 Por lo general, la alúmina se caracteriza por las siguientes propiedades: tamaño medio de partícula que varía de 0,3 a 0,7 mm; volumen de poro que varía de 44,1 a 71,9 cm<sup>3</sup>/100 g; área superficial que varía de 195 a 331 m<sup>2</sup>/g y densidad que varía de 543 a 829 kg/m<sup>3</sup>.

### Descripción detallada

45 Como se ha descrito anteriormente en el presente documento, una corriente que comprende aceite de disulfuro, obtenida como residuo o como corriente de producto secundario durante el proceso de desulfuración de GLP, comprende una concentración relativamente alta de sodio que la hace inaceptable para una diversidad de aplicaciones tales como el uso como agente antifusión de coque en procesos de termocraqueo. El proceso  
50 presente que se describe en el presente documento reduce el contenido de sodio en las corrientes de aceite de disulfuro a una cantidad que es incluso menor que el intervalo aceptable estándar de 1 ppm; haciendo de ese modo el aceite de disulfuro útil para una diversidad de aplicaciones. De ese modo, las desventajas asociadas al uso de compuestos que contienen azufre caros tales como disulfuros de dialquilo, sulfuros de dialquilo y aceite de disulfuro que comprende una concentración relativamente mayor de sodio se alivian de forma ventajosa por medio del  
55 proceso de la presente divulgación.

El proceso de la presente divulgación es el más adecuado para reducir el contenido de sodio de las corrientes de aceite de disulfuro que tienen originalmente un contenido de sodio de aproximadamente 1 ppm. En el caso de que la corriente de aceite de disulfuro tenga un contenido de sodio de más de 1 ppm, en primer lugar se ha de  
60 experimentar un tratamiento de una forma o de otra, para obtener una corriente que tenga un contenido de sodio de aproximadamente 1 ppm. Los medios de tratamiento que se han mencionado anteriormente en el presente documento, en una realización, incluyen procesos tales como dilución donde la corriente de sodio de alta concentración se diluye con una corriente de sodio de baja concentración para producir una corriente que tiene una concentración intermedia o la concentración de sodio deseada.

65 En un aspecto, la presente divulgación proporciona un proceso para la obtención de aceite de disulfuro que tiene un

nivel de sodio inferior a 0,1 ppm; comprendiendo el proceso las etapas de obtener una corriente que comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio de 1 ppm a partir de unidades de desulfuración de GLP y hacer pasar la corriente a través de un lecho adsorbente en condiciones de operación predeterminadas de volumen, tiempo y temperatura para obtener una corriente tratada que comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm.

Por lo general, las corrientes de aceite de disulfuro se obtienen como un residuo o como una corriente de producto secundario a partir de procesos de desulfuración de GLP. Además, el aceite de disulfuro de acuerdo con la presente divulgación comprende disulfuros de alquilo que contiene al menos uno C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> seleccionados entre el grupo que consiste en disulfuro de dimetilo, disulfuro de etilo y metilo, disulfuro de dietilo, y similares.

El adsorbente que se usa en el proceso de la presente divulgación es un adsorbente basado en óxido inorgánico. Un ejemplo del adsorbente basado en óxido inorgánico adecuado para el proceso de la presente divulgación incluye alúmina. Los inventores de la presente divulgación han usado múltiples variedades de alúmina que difieren en sus atributos característicos tales como densidad, volumen de poro y área superficial con el fin de optimizar el proceso de la presente divulgación. La alúmina que es útil para el fin de la presente divulgación es alúmina activada con alta capacidad de adsorción debido a su área superficial específica y distribución de tamaño de poro ajustada a medida.

La alúmina que se usa en el proceso de la presente divulgación se caracteriza por las siguientes propiedades: un tamaño medio de partícula que varía de 0,3 a 0,7 mm; un volumen de poro que varía de 44,1 a 71,9 cm<sup>3</sup>/100 g; un área superficial que varía de 195 a 331 m<sup>2</sup>/g y una densidad que varía de 543 a 829 kg/m<sup>3</sup>. Además, la alúmina que se usa en el proceso de la presente divulgación puede ser de diferentes formas tales como esferas, extrudatos, gránulos y anillos.

En una versión experimental del presente proceso, el adsorbente de alúmina se empaqueta en una columna de vidrio de equipada con un reloj de detención de control de flujo. La corriente que comprende el aceite de disulfuro se almacena en un embudo de separación provisto en la parte superior de la columna de vidrio. La corriente se hace pasar a continuación a través de la columna empaquetada con el adsorbente de alúmina a una velocidad espacial horaria de líquido predeterminada y a una temperatura predeterminada. La velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) varía por lo general de 0,5 a 5 h<sup>-1</sup>. De acuerdo con una de las realizaciones de la presente divulgación, la velocidad espacial horaria de líquido varía de 0,5 a 2 h<sup>-1</sup>. De acuerdo con otra realización, la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) varía de 1,0 a 1,5 h<sup>-1</sup>. La velocidad espacial horaria de líquido de la corriente que pasa a través de la columna empaquetada con el adsorbente de alúmina se controla a través de la columna y los tapones del embudo de separación. La temperatura predeterminada varía por lo general de 10 a 40 °C. De acuerdo con una de las realizaciones de la presente divulgación, la temperatura varía de 20 a 30 °C.

La corriente que pasa a través de la columna empaquetada con el adsorbente de alúmina se recoge en un intervalo cada 2 horas (denominada en lo sucesivo en el presente documento corriente tratada) y se somete a espectroscopía de absorción atómica (AAS) y a análisis de espectrometría masas por plasma acoplado inductivamente (ICPMS) para medir el nivel de sodio. El nivel de sodio de la corriente de aceite original - el residuo o la corriente de producto secundario que se recoge de las unidades de desulfuración de GLP también se mide por AAS. Por lo general es 1 ppm.

Los resultados de AAS e ICPMS muestran que la cantidad de sodio en la corriente tratada es inferior a 0,1 ppm. En algunos experimentos, se descubrió que la cantidad de sodio en la corriente tratada era de 0,05 ppm, y en algunos otros experimentos se descubrió que era inferior a 0,02 ppm y en algunos otros, 0,01 ppm.

El adsorbente basado en alúmina que se usa en el proceso de la presente divulgación demuestra una eficacia de adsorción excelente para el metal de sodio presente en el aceite de disulfuro. La eficacia de retirada de sodio del adsorbente de alúmina varía por lo general de un 98,7 a un 99,7 %. Además, el adsorbente basado en alúmina es capaz de tratar aceite de disulfuro que es al menos 200 veces el volumen de la alúmina usada.

La eficacia de la corriente tratada que contiene aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm se evaluó en una diversidad de aplicaciones que incluyen, pero no se limitan a, su uso como aditivo antifusión de coque en un proceso de craqueo térmico, como agente de desulfuración para la sulfuración previa de catalizadores usados en el proceso de hidrotreatmento e hidrocrqueo y en la hidrogenación de aceites vegetales no comestibles para producir biocombustibles.

Las realizaciones del presente documento y las diversas características y los detalles ventajosos de las mismas se explican por referencia a realizaciones no limitantes en la siguiente descripción. Las descripciones de componentes y técnicas de procesamiento bien conocidos se omiten de modo que no se compliquen de forma innecesaria las realizaciones del presente documento. Los ejemplos que se usan en el presente documento se pretende que faciliten meramente la comprensión de la forma en la que se pueden poner en práctica las realizaciones del presente documento y además permite que los expertos en la materia pongan en práctica las realizaciones del presente documento. Por lo tanto, los ejemplos no se deberían interpretar como limitantes del ámbito de las realizaciones del presente documento.

Ejemplo 1: Proceso para la reducción del contenido de sodio en el aceite de disulfuro de acuerdo con la presente divulgación

5 En los siguientes ejemplos se usó una corriente que comprende aceite de disulfuro (aceite de azufre), producida como residuo o como corriente de producto secundario de las unidades de oxidación de mercaptano de un complejo de refinería. En la Tabla 1 se presentan diversas propiedades de la corriente.

**Tabla 1: Propiedades características del aceite de disulfuro (aceite de azufre) usado en el presente proceso**

| N.º Ser. | Atributos                   | Unidad de medida | Valor                              |
|----------|-----------------------------|------------------|------------------------------------|
| 1        | Aspecto                     | -                | Transparente sin ninguna partícula |
| 2        | Azufre total                | % en peso        | 60,0 habitual                      |
| 3        | Temperatura crítica         | Grados C         | 351                                |
| 4        | Presión crítica             | , bares          | 47,8                               |
| 5        | Intervalo de ebullición     | °C               | 110-180                            |
| 6        | Densidad (20 °C)            | g/cc             | 1,03                               |
| 7        | Viscosidad (20 °C)          | cps              | 0,597                              |
| 8        | Presión de vapor (20 °C)    | mbar             | 13,6                               |
| 9        | Tensión superficial (20 °C) | dinas/cm         | 33,6                               |
| 10       | Calor específico (25 °C)    | KJ/Kg-K          | 1,521                              |
| 11       | Sodio (Na)                  | ppm p            | 1,0 máx.                           |
| 12       | Cobalto (Co)                | ppm              | 0,25 máx.                          |
| 13       | Cobre (Cu)                  | ppm              | 0,10 máx.                          |
| 14       | Hierro (Fe)                 | ppm              | 0,20 máx.                          |

10 El aceite obtenido en las unidades de oxidación de mercaptano de un complejo de refinería se almacenó en un embudo de separación de 1 litro situado en la parte superior de una columna de vidrio (49 cm de altura y 3,2 cm de diámetro) que contenía alúmina. Se vertieron 30 g (-48 ml) de alúmina (A<sub>1</sub>) en una columna de vidrio que tenía un reloj de detención de control de flujo. Se usó una alúmina que tenía los siguientes atributos característicos: tamaño medio de partícula: 0,5 mm; densidad 629 kg/m<sup>3</sup>; volumen de poro: 68,9 cm<sup>3</sup>/100 g y área superficial: 195 m<sup>2</sup>/g. La corriente de aceite contenida en el embudo se hizo pasar a través de la columna a temperatura ambiente (25 °C) con una velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) de 1,25 h<sup>-1</sup>. La LHSV se controló a través del embudo y los tapones de la columna. La corriente después de pasar a través del lecho de alúmina (denominada corriente tratada) se recogió a intervalos cada 2 horas y se sometió a AAS (espectroscopía de absorción atómica) y a espectrometría masas por plasma acoplado inductivamente (ICPMS) para medir el nivel de Na.

20 **Se descubrió que la cantidad de Na en la muestra tratada era de 0,1**

Ejemplo 2: Proceso para la reducción del contenido de sodio en el aceite de disulfuro de acuerdo con la presente divulgación

25 En este ejemplo, el aceite de disulfuro se procesó de la misma forma que se ha descrito en el Ejemplo 1, excepto en que el adsorbente de alúmina que se usó tenía mayor densidad, menor volumen de poro y menor área superficial (A<sub>2</sub>) [en comparación con la alúmina usada en el Ejemplo 1 (A<sub>1</sub>)]. Los atributos característicos del adsorbente de alúmina usado en el presente Ejemplo (A<sub>2</sub>) se proporcionan en el presente documento en la Tabla 2.

**Tabla 2: Rasgos característicos de la alúmina usada en los Ejemplos 1, 2 y 3**

| Características habituales     | Unidad de medición | Adsorbente de alúmina A <sub>1</sub> | Adsorbente de alúmina A <sub>2</sub> | Adsorbente de alúmina A <sub>3</sub> |
|--------------------------------|--------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | % en peso          | 93,5 min.                            | 93,5 min.                            | 93,5 min.                            |
| Na <sub>2</sub> O              | ppm (p)            | 3200 máx.                            | 3200 máx.                            | 3200 máx.                            |
| Forma                          | -                  | perlas                               | perlas                               | extrudatos                           |

| Características habituales              | Unidad de medición         | Adsorbente de alúmina A <sub>1</sub> | Adsorbente de alúmina A <sub>2</sub> | Adsorbente de alúmina A <sub>3</sub> |
|---|----------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| Tamaño medio de partícula               | mm                         | 0,5                                  | 0,5                                  | 0,5                                  |
| Densidad                                | DRT kg/m <sup>3</sup>      | 629                                  | 829                                  | 543                                  |
| Volumen total de poro                   | VPT cm <sup>3</sup> /100 g | 68,9                                 | 44,1                                 | 71,9                                 |
| Resistencia mecánica                    | EKG daN                    | 5,3                                  | 12,1                                 | 1,4/mm                               |
| Área superficial                        | BET m <sup>2</sup> /g      | 195                                  | 331                                  | 320                                  |
| Pérdida tras ignición (300 -1000 °C)    | % en peso                  | 5 máx.                               | 5 máx.                               | 5 máx.                               |
| Adsorción estática (para un 60 % de HR) | % en peso                  | 21                                   | 21                                   | 21                                   |

**La cantidad de Na en la corriente tratada se analizó de forma similar al Ejemplo 1 y se descubrió que era de 0,04 ppm.**

- 5 Ejemplo 3: Proceso para la reducción del contenido de sodio en el aceite de disulfuro de acuerdo con la presente divulgación

En este ejemplo, el tratamiento del aceite de disulfuro se llevó a cabo de la misma forma que se ha descrito en el Ejemplo 1, excepto en que el adsorbente de alúmina que se usó tenía menor densidad y mayor volumen de poro y mayor área superficial (A<sub>3</sub>) [en comparación con la alúmina usada en el Ejemplo 1 (A<sub>1</sub>)]. Los atributos característicos del adsorbente de alúmina usado en el presente Ejemplo (A<sub>3</sub>) ya se han proporcionado en la Tabla 2.

**La cantidad de Na en la corriente tratada se analizó de forma similar al Ejemplo 1 y se descubrió que era de 0,01 ppm.**

- 15 Eficacia de retirada de sodio de los adsorbentes:

La eficacia de retirada de sodio de los adsorbentes de alúmina A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> y A<sub>3</sub> se proporciona en la Tabla 3.

20 **Tabla 3: Eficacia de retirada de sodio de diversos adsorbentes**

| N.º Ser. | Aceite de disulfuro              | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Adsorbente | Na en ppm | Eficacia de retirada |
|----------|----------------------------------|---|-----------|----------------------|
| 1.       | Aceite de disulfuro (sin tratar) | Ninguno                                   | 3         | -                    |
| 2.       | Aceite de disulfuro tratado      | A <sub>1</sub>                            | 0,01      | 99,7 %               |
| 3.       | Aceite de disulfuro tratado      | A <sub>2</sub>                            | 0,04      | 98,7 %               |
| 4.       | Aceite de disulfuro tratado      | A <sub>3</sub>                            | 0,01      | 99,7 %               |

Ejemplo 4: Proceso para la reducción del contenido de sodio en el aceite de disulfuro de acuerdo con la presente divulgación

- 25 En este ejemplo, el tratamiento del aceite de disulfuro se llevó a cabo de la misma forma que se ha descrito en el Ejemplo 1, excepto en que la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) de la corriente de aceite de disulfuro se mantuvo a 2 h<sup>-1</sup>. **La cantidad de Na en el aceite de disulfuro tratado se analizó de forma similar al Ejemplo 1 y se descubrió que era de 0,04 ppm.**

- 30 Ejemplo 5: Proceso de laboratorio para la reducción del contenido de sodio en aceite de disulfuro de acuerdo con la presente divulgación

En este ejemplo, el tratamiento del aceite de disulfuro se llevó a cabo de la misma forma que se ha descrito en el Ejemplo 1, excepto en que la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) de la corriente de aceite de disulfuro se mantuvo a 5 h<sup>-1</sup>. **La cantidad de Na en el aceite de disulfuro tratado se analizó de forma similar al Ejemplo 1 y se descubrió que era de 0,1 ppm.**

Ejemplo 6: Proceso para la reducción del contenido de sodio en el aceite de disulfuro de acuerdo con la presente divulgación

- 40 En este ejemplo, el tratamiento del aceite de disulfuro recogido de una unidad de desulfuración de GLP se llevó a

cabo de la misma forma que se ha descrito en el Ejemplo 1, excepto en que la temperatura se mantuvo a 30 °C. **La cantidad de Na en el aceite de disulfuro tratado se analizó de forma similar al Ejemplo 1 y se descubrió que era de 0,01 ppm.**

5 Deducción:

Después de estudiar los resultados obtenidos en los Ejemplos 1 a 6, se observó que:

- 10 1. Al disminuir la densidad y aumentar el volumen de poro del adsorbente de alúmina, la eficacia de retirada de sodio del proceso de la presente invención puede mejorar proporcionalmente manteniendo constantes la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) de la corriente de aceite y las condiciones de temperatura de la columna.
- 15 2. Al reducir la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) de la corriente de aceite, la eficacia de retirada de sodio del presente proceso puede mejorar proporcionalmente manteniendo constantes el tipo de alúmina y las condiciones de temperatura de la columna.
3. Variar la temperatura en el intervalo de temperatura ambiente no afecta a la eficacia de retirada de sodio del presente proceso, cuando se mantienen constantes la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) de la corriente de aceite, el tipo de alúmina y las condiciones de temperatura de la columna.
- 20 De ese modo, al hacer pasar una corriente que comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio de 1 ppm a través de un lecho de alúmina que tiene un tamaño medio de partícula que varía de 0,3 a 0,7 mm; un volumen de poro que varía de 44,1 a 71,9 cm<sup>3</sup>/100 g; un área superficial que varía de 195 a 331 m<sup>2</sup>/g y una densidad que varía de 543 a 829 kg/m<sup>3</sup> se produjo un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm; cuando se hizo que la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) variara de 0,5 a 5,0 h<sup>-1</sup>, a una temperatura que varió de 10 a 40 °C.

25

**Avances técnicos:**

La presente divulgación se refiere a un proceso para la retirada de Na de aceite de disulfuro y tiene varios avances técnicos, que incluyen, pero no se limitan a:

30

- Un proceso muy sencillo y eficaz para la retirada de sodio de aceite de disulfuro, un producto residual obtenido en los procesos de desulfuración de GLP,
- Una alternativa económica a los agentes antifuración de coque existentes, por ejemplo disulfuro de dimetilo (DMDS), mediante la provisión de aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm que se puede usar de forma muy eficaz como agente antifuración de coque en el craqueo térmico de hidrocarburos sin prácticamente ningún cambio en la composición del producto de craqueo y/o los requisitos de energía,
- Una alternativa económica a los agentes desulfuración existentes tales como disulfuro de dimetilo (DMDS), usados en hidroprocesamiento de aceites vegetales no comestibles para producir biocombustible para aviones o biodiesel, y
- 40 • Una alternativa económica a los agentes de presulfuración existentes usados en hidrotratadores e hidrocraqueadores para la presulfuración del catalizador.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un proceso para obtener aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm, comprendiendo dicho proceso hacer pasar una corriente que comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio de 1 ppm a través de un lecho de alúmina empaquetado en una columna, a una velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) que varía de 0,5 a 5,0 h<sup>-1</sup> y a una temperatura predeterminada para obtener una corriente tratada que comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,1 ppm.
- 10 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) varía de 0,5 a 2 h<sup>-1</sup>.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la velocidad espacial horaria de líquido (LHSV) varía de 1,0 a 1,5 h<sup>-1</sup>.
- 15 4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha temperatura predeterminada varía de 10 a 40 °C.
5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha temperatura predeterminada varía de 20 a 30 °C.
- 20 6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la corriente tratada comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,05 ppm.
7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la corriente tratada comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio inferior a 0,02 ppm.
- 25 8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la corriente tratada comprende aceite de disulfuro que tiene un nivel de sodio de 0,01 ppm.
- 30 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la alúmina se **caracteriza por** las siguientes propiedades: tamaño medio de partícula que varía de 0,3 a 0,7 mm; volumen de poro que varía de 44,1 a 71,9 cm<sup>3</sup>/100 g; área superficial que varía de 195 a 331 m<sup>2</sup>/g y densidad que varía de 543 a 829 kg/m<sup>3</sup>.