



320700

14 DIC. 1965

320700

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E    D E    I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de CHEMICAL INVESTORS, S.A., entidad luxemburguesa, establecida en c/o Gregelux, 27 Avenue Monterey, Ciudad de Luxemburgo, Ducado de Luxemburgo, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN COMBUSTIBLE REVALORIZADO O MEJORADO, SUSTANCIALMENTE LIBRE DE CENIZA".

Este invento se refiere a la solubilización de combustibles carbonosos y más particularmente a la revalorización o mejora de combustibles carbonosos, por un procedimiento - en solución, a combustibles de bajo contenido de ceniza, bajo contenido de oxígeno y bajo contenido de azufre.

Son conocidos los procedimientos para la extracción - de combustibles carbonosos, tales como carbones bituminosos y sub-bituminosos, lignitos, turba y semejantes, por disolventes en una atmósfera de hidrógeno. Sin embargo, por razones económicas, estos conocidos procedimientos se han limi-

320700

140



tado y restringido necesariamente a la preparación de productos muy especialmente, tales como ceras y otros materiales de poco volumen y elevado precio. Por razones económicas estos antiguos procedimientos no han podido ser usados en la revalorización de combustibles carbonosos para transformarlos en gasolina, aceites diesel, aceites lubricantes queroseno y otros combustibles sólidos refinados, por varias razones. La razón básica del fracaso para utilizar comercialmente estos procedimientos para la revalorización de los combustibles carbonosos, es que los costos para el tratamiento con estos antiguos procedimientos son demasiado prohibitivos para permitir que el producto sea competitivo frente a combustibles sucedáneos de bajo costo, como por ejemplo el aceite del petróleo. Dos de los principales factores que hacen el costo de tales procedimientos prohibitivo, son, la incapacidad para obtener la completa solubilización de todo el combustible carbonoso potencialmente disponible usado como combustible por el procedimiento, y la incapacidad para reciclar el disolvente al sistema sin un tratamiento especial. Como un factor adicional, estos antiguos procedimientos requieren cantidades excesivas de hidrógeno.

En contraste con lo anterior, el presente invento crea un nuevo procedimiento para la solubilización esencialmente completa de combustibles carbonosos, en disolventes.

Este invento también crea un nuevo y económico procedimiento para preparar combustibles de bajo contenido de ceniza, bajo contenido de oxígeno y bajo contenido de azufre, a partir de combustibles carbonosos que se encuentran en la naturaleza.

320700



5 Además, este invento crea un nuevo procedimiento económico y mejorado para la solubilización de combustibles carbonosos que se encuentran en la naturaleza para la revalorización de los mismos convirtiéndolos en combustibles sólidos de bajo contenido de ceniza, bajo contenido de oxígeno, y bajo contenido de azufre, que pueden competir comercialmente con otros combustibles.

10 Además, este invento crea un procedimiento nuevo y mejorado para la producción de combustibles sólidos de bajo contenido de ceniza, bajo contenido de oxígeno y bajo contenido de azufre a partir de combustibles carbonosos, cuyo procedimiento es cíclico u no requiere una adición sustancial de disolvente después de comenzado el procedimiento.

15 Aun más, este invento crea un nuevo procedimiento para la revalorización de los combustibles carbonosos que se encuentran en la naturaleza en nuevos combustibles con bajo contenido de ceniza, bajo contenido de oxígeno y bajo contenido de azufre.

20 Además, este invento permite la preparación de combustibles sólidos, comercialmente compatibles de bajo contenido de ceniza, bajo contenido de oxígeno y bajo contenido de azufre a partir de combustibles carbonosos que se encuentran en la naturaleza.

25 Otros caracteres distintivos y ventajas de este invento serán más evidentes por la lectura de la descripción siguiente y dibujo adjunto que ilustra esquemáticamente una realización de este invento.

30 Según este invento, se logran los caracteres distintivos y ventajas anteriores, disolviendo sustancialmente -

320700

14



5 todas las fracciones de combustible potencialmente utiliza-  
bles, de combustibles carbonosos que se encuentran en la -  
naturaleza, tal como carbón, lignito, turba y semejantes,  
utilizando un disolvente derivado del material combustible  
original, en condiciones de temperatura, presión y atmósfe-  
ra, críticamente controlado, junto con un periodo de mante-  
nimiento muy crítico de la temperatura de tratamiento, a -  
la cual se descomponen las porciones normalmente insolubles  
de combustible, generalmente por despolimerización del com-  
10 bustible de alimentación, en fracciones solubles en el di-  
solvente, Observando los parámetros críticos del procedi-  
miento de este invento, que han de ser especificados aquí,  
estos combustibles que se encuentran en la naturaleza, no -  
sólo se revalorizan en nuevos combustibles de bajo conteni-  
15 do de azufre, sino que también esta solución del combusti-  
ble de alimentación va acompañada por una producción de -  
cantidades adicionales de disolvente, procedente de una --  
parte del combustible primario de alimentación que compen-  
sa con creces cualquier cantidad de disolvente perdido, --  
20 por pérdida mecánica del mismo en el sistema.

Más específicamente, el dibujo ilustra una realiza-  
ción continua de este invento, en el cual un combustible -  
primario de alimentación como carbón mineral de Kentucky -  
Nº 11, que ha sido molido por un procedimiento apropiado,  
25 tal como un molino de martillos (preferiblemente el carbón  
mineral se muele fino para que pase el 80% a través de un  
tamiz con una abertura de 74 micras (abertura de tamiz de  
0,074 milímetros) se alimenta por medio de un dispositivo  
transportador o semejante a un recipiente agitador 1, en don-  
30 de es mezclado con el disolvente (obtenido a partir de un

320700



tratamiento previo), con una proporción de 1/1 aproximada-  
mente de 4/1 aproximadamente de disolvente a carbón mine-  
ral. Si se desea, la suspensión carbón-mineral disolvente  
en el recipiente 1, puede calentarse a una temperatura ---  
5 apropiada que evaporará instantáneamente cualquier humedad  
que puede estar presente en el carbón.

Ya que el disolvente utilizado en este invento, se -  
deriva del carbón mineral que se disuelve, su composición  
varía según el análisis del carbón mineral que se use como  
10 materia prima de alimentación. Sin embargo, en general, el  
disolvente empleado en este invento es un disolvente muy -  
aromático obtenido a partir de un tratamiento previo de --  
combustible y tiene generalmente, un punto de ebullición -  
que va de 150° C. a 750° C. aproximadamente, una densidad  
15 de 1,1 aproximadamente y una relación molar de carbono a -  
hidrógeno que va de 1,0 a 0,9 aproximadamente a 1,0 a 0,3  
aproximadamente. En general, puede usarse cualquier buen -  
disolvente orgánico del carbón mineral como disolvente ini-  
cial al comienzo del proceso. Un disolvente típico es, por  
20 ejemplo, el aceite medio obtenido a partir del carbón mine-  
ral y que tiene un punto de ebullición que va de 190° C. a  
300° C. Un disolvente encontrado particularmente útil como  
disolvente de partida, es el aceite de antraceno o aceite  
de creosota, que tiene un punto de ebullición de 220° C. a  
25 400° C. aproximadamente. Sin embargo, la selección de un -  
disolvente específico para el comienzo del proceso, no es  
particularmente crítica, ya que durante el proceso, las --  
fracciones disueltas del combustible primario de alimenta-  
ción, forman cantidades sustanciales de disolvente adicio-  
30 nal, que cuando se adiciona al disolvente introducido ori-



320700

ginalmente en el sistema, crean una cantidad total de disolvente que es mayor que la cantidad original introducida en el proceso. Prescindiendo así de cual puede haber sido el disolvente original, perderá su identidad y se aproximará a la constitución del disolvente formado por disolución y despolimerización del combustible primario introducido en el proceso. Como resultado, la composición del disolvente se aproxima a la de la misma composición general que el producto sin ceniza del combustible de alimentación tratado, pero con peso molecular más bajo, estando la composición actual determinada en cada caso, por la composición del combustible particular primario de alimentación utilizado. Por esta razón, el disolvente que se emplea, puede ser definido de modo general como el obtenido a partir de una extracción previa de combustibles primarios -- carbonosos, según este invento. En todo caso, la relación de disolvente a carbón en la suspensión mezclada en el recipiente 1 de suspensión estará en el intervalo de 0,6-1 a 4/1 con un intervalo preferido de 1/1 a 2,3/1. Las relaciones de disolvente a carbón inferiores a 0,6/1 (esto es 0,5/1) producen suspensiones que tienen la consistencia del alquitrán por disolución del carbón en el disolvente, haciéndolas así difíciles de moverse por el sistema, lo que causa frecuentemente obstrucciones, en el sistema. Las relaciones de disolvente a carbón superiores a 4/1 -- pueden utilizarse, pero no proporcionan una ventaja funcional en el tratamiento en solución de este invento y sufren la desventaja adicional de requerir energía o trabajo adicional para la separación subsiguiente del disolvente a partir del producto de carbón sin ceniza por recicla

320700

14



do en el sistema. Como se apreciará, cuanto más disolvente se introduce en el sistema, más debe recuperarse después. Así, desde este punto de vista, cuanto más baja sea la relación que pueda usarse, mejor será. Sin embargo, --  
5 otros factores, bien de aspecto económico o los basados -- en la capacidad de tratamiento, pueden anular esta consideración y aconsejar el uso de relaciones más altas de disolvente a carbón mineral. Se midieron las viscosidades -- de distintas suspensiones disolvente-carbón a 752 C. para  
10 aclarar los límites anteriores. Se espera, que la siguiente tabla muestre con claridad el significado de la rela-- ción disolvente a carbón 1/1 de la suspensión (esto es, -- concentración de carbón mineral al 50%).

15 Viscosidad de la suspensión carbón mineral-disolvente para distintas concentraciones de carbón mineral a -- 752 C.

	<u>Carbón mineral %</u>	<u>Viscosidad, centipoises</u>
	0	4,5
20	21	11
	25	18
	33,5	36
	35	50
	40	90
25	45,5	260
	50	540
	55	1.000
	63	>10.000



Como puede apreciarse en la tabla anterior, hay un aumento en la viscosidad de la suspensión carbón mineral-disolvente, cuando la concentración de carbón mineral aumenta de 50 a 55%. Este aumento en la viscosidad provoca necesidades de presión más elevadas para mover las suspensiones a través del sistema, y reduce también en gran parte, el grado de filtración cuando se emplea en el sistema.

La suspensión formada en el recipiente 1, se lleva a continuación por medio de un método apropiado, por ejemplo una bomba 2, de desplazamiento positivo, a un precalentador 3, y a continuación al recipiente 4 para disolver, que se calienta de forma apropiada para mantener la suspensión a su elevada temperatura. Es esencial, según este invento, que se añada el hidrógeno a la suspensión antes del precalentador 3, o el recipiente 4 para disolver, a una presión parcial de por lo menos 35 kilogramos por centímetro cuadrado. El hidrógeno empleado es normalmente el reciclado procedente del tratamiento previo, junto con algo de hidrógeno de compensación de nueva aportación, necesario para obtener el contenido de hidrógeno preciso, que debe ser por lo menos, el 70% del volumen de los gases cargados antes del recipiente 4 para disolver. Aunque no hay límite superior crítico para las presiones de hidrógeno empleadas por razones prácticas las presiones empleadas estarán normalmente en el intervalo de 35 a 140 kilogramos por centímetro cuadrado, empleándose preferiblemente, 70 kilogramos por centímetro cuadrado.

La suspensión combustible-disolvente con hidrógeno a presión, se calienta en los precalentadores para elevar rápidamente la temperatura de la misma de 370° C. aproximada

320700

14



mente a 500° C. aproximadamente y preferiblemente de 375° C. aproximadamente a 440° C. aproximadamente.

Los tubos se dimensionan en diámetro y longitud, de forma que permiten el flujo de la suspensión a través de ellos, calentándola a las temperaturas del tratamiento, -  
5 tan rápidamente como sea posible habiéndose conseguido experimentalmente, valores tan bajos como de 12 a 20 segundos. En general, el precalentador se diseñará para suministrar el grado deseado de calentamiento a la suspensión,  
10 con una transmisión de calor no superior a 2.712 gramos-calorías/hora/cm<sup>2</sup>. de sección superficial del tubo. Normalmente, para mantener una buena transmisión de calor, el diámetro de los tubos se dimensionará de forma que se mantenga a la suspensión en un flujo turbulento a través del  
15 precalentador.

El tiempo que se mantiene la solución de la suspensión a presión con hidrógeno en el recipiente 4 para disolver, es crítica para el éxito de este procedimiento. - Aunque la duración del tratamiento (solución) variará para cada combustible carbonoso particular tratado, se encontró que el mecanismo de la solución proporciona una --  
20 guía precisa para el tiempo de estancia de la suspensión en el recipiente 4 para disolver. En este aspecto, se encontró que la viscosidad de la solución obtenida durante el tratamiento de la suspensión, aumenta con el tiempo en  
25 el recipiente 4 para disolver, seguido por un decrecimiento de la viscosidad mientras se continúa esta solubilización de la suspensión, y seguido luego por un aumento subsecuente en la viscosidad de la solución al prolongar su  
30 mantenimiento en el recipiente 4 para disolver. Uno de --



320700

Los criterios usados para determinar el final del proceso de solución, según este invento, es la viscosidad relativa de la solución formada, la cual es la relación de la viscosidad de la solución a la viscosidad del disolvente, como material de alimentación del proceso, midiéndose ambas viscosidades a 992 C. Según esto, el término "Viscosidad Relativa" como se usa aquí y en las reivindicaciones, se limita a y se define como, la viscosidad a 992 C. de la solución formada dividida por la viscosidad del disolvente a 992 C. que se introduce en el sistema, esto es,

$$\text{Viscosidad relativa} = \frac{\text{Viscosidad de la solución a 992 C}}{\text{Viscosidad del disolvente a 992 C}}$$

Esta "Viscosidad Relativa" puede emplearse ahora para esclarecer más específicamente el tiempo de estancia de la solución en el recipiente para disolver 4. Con respecto a esta "Viscosidad Relativa" hay que hacer notar -- que mientras transcurre la solubilización de la suspensión, la "Viscosidad Relativa" de la solución, primero aumenta por encima de un valor de 20 hasta un punto para el cual la solución es extremadamente viscosa con un aspecto gelatinoso. En efecto, si se usaran relaciones bajas de disolvente a carbón mineral, por ejemplo, 0,5/1, la suspensión se convertiría en un gel. Después de alcanzar la "Viscosidad Relativa" máxima, bien por encima del valor 20, la "Viscosidad Relativa" máxima, bien por encima del valor 20, la "Viscosidad Relativa" comienza a decrecer hasta un mínimo después de la cual, se eleva de nuevo a los valores más altos. Se encontró esencial para el éxito de este invento, que la solubilización se deje transcurrir hasta que la disminución de la "Viscosidad Relativa" (después -

320700

14



del aumento inicial de la "Viscosidad Relativa") descien-  
de hasta un valor de por lo menos 10, y la solución resul-  
tante se separe del residuo no disuelto del carbón, antes  
que la "Viscosidad Relativa" aumente de nuevo por encima  
5 de 10. Normalmente, la disminución en la "Viscosidad Rela-  
tiva" se dejará llegue a un valor inferior a 5 y preferi-  
blemente en el intervalo de 1-1/2 a 2.

Hay que hacer notar que durante la formación de la  
solución, el combustible de alimentación se despolimeriza  
10 en presencia de hidrógeno para formar fracciones que son  
solubles en el disolvente, y se observó que la despolime-  
rización del carbón mineral, durante la extracción, va --  
acompañada por el desprendimiento de sulfuro de hidrógeno,  
agua, dióxido de carbono, metano, propano, butano, y otros  
15 hidrocarburos más elevados que formarán parte de la atmós-  
fera del recipiente 4 para disolver.

Se encontró que la despolimerización del combusti-  
ble de alimentación, consume hidrógeno hasta un peso equi-  
valente a 2% del peso aproximadamente del combustible de -  
20 alimentación (como se recibe) y en condiciones preferidas  
en una cantidad de 0,5 a 1% aproximadamente del combustible  
alimentador.

Después de completar la solubilización, en el reci-  
piente 4 para disolver, la solución resultante se carga a  
25 continuación en un filtro 5, para la separación de la solu-  
ción de carbón del residuo sin disolver (esto es, la mate-  
ria mineral) del combustible de alimentación. El filtro 5,  
como se indica en el dibujo, es un filtro a presión conven-  
cional de tambor rotatorio adaptado apropiadamente para --  
30 mantener la presión y desalojar los gases. Se comprende --

# 320700

que aunque se ha descrito un filtro de tambor rotatorio - para ser utilizado en relación con esta realización, pueden emplearse otros medios de separación, como por ejemplo centrífuga y semejantes.

5            Los gases desalojados del filtro 5, se pasan a continuación a través del conducto 10 a una unidad 6 para el tratamiento del gas, en la cual, se retienen el sulfuro de hidrógeno y el dióxido de carbono de una forma apropiada, como por ejemplo, por soluciones de sosa cáustica. Al  
10 gas remanente puede dársele el tratamiento posterior que se desee.

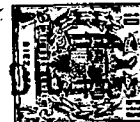
El gas recuperado libre de sulfuro de hidrógeno y dióxido de carbono, se recicla entonces en el proceso, -- alimentándolo a la suspensión reciente de nueva aportación  
15 que está siendo alimentada al precalentador 3, siendo suministrado todo el hidrógeno de compensación por el hidrógeno de nueva aportación. El análisis de los gases recuperados, ha mostrado que el consumo total de hidrógeno por el sistema, es bastante bajo no siendo el consumo real de  
20 hidrógeno, superior al 2% (basado en el combustible de alimentación) y bastante a menudo tan bajo como 0,5%.

La pasta del filtro o residuo obtenido en el filtro 5, se retira del mismo con un tratamiento adicional, como se desee, como por ejemplo recuperación de disolvente que  
25 será discutido posteriormente. En la práctica, es conveniente un nuevo tratamiento de la pasta del filtro ya que, además de la materia mineral, puede contener de 40 a 50% en peso de disolvente que puede recuperarse por destilación pirolítica. A menudo, esta pasta de filtro seca, contiene  
30 50% de carbón mineral aproximadamente y produce alrededor -

320700



de 3.900 kilogramos-calorías por kilogramo. El anterior --  
tratamiento de la pasta, es particularmente significativo  
ya que la materia mineral del carbón mineral y el disol--  
vente incluido pueden comprender de 10 a 20% aproxima--  
5 mente del peso total del material de alimentación en sus-  
pensión al sistema. Cuando la pasta del filtro consta de -  
40 a 50% aproximadamente de disolvente, la cantidad de di-  
solvente recuperable está comprendida entre el 5 al 15% -  
aproximadamente del material de alimentación disolvente -  
10 original en el sistema. Como se comprenderá, si la pasta -  
del filtro se trata para recuperar el disolvente, el di--  
solvente recuperado puede reciclarse en el sistema para -  
la preparación de la suspensión adicional para su intro--  
ducción en el sistema. El producto filtrado del filtro 5,  
15 se bombea a continuación a una temperatura de 270°C, a --  
430°C. aproximadamente, a través de toberas apropiadas a  
un sencillo evaporador instantáneo a vacío 7, para sepa--  
rar la mayoría del disolvente. Según la práctica conven--  
cional, el evaporador estará equipado con un dispositivo  
20 separador de nieblas para separar cualquier líquido ocluí-  
do en el vapor y también se colocarán calentadores apro--  
piados en el exterior del evaporador para compensar las -  
pérdidas de calor. El disolvente evaporado súbitamente --  
del evaporador 7, se pasa a un destilador 8, o se recicla  
25 directamente en el sistema. La cantidad de disolvente re-  
cuperado por reciclado en el sistema, comprende general--  
mente una cantidad de 85 a 100% aproximadamente de la can-  
tidad de disolvente introducido originalmente en el sis--  
tema. Este disolvente reciclado puede provenir totalmente  
30 del evaporador o puede ser una mezcla de disolvente del -



evaporador y disolvente recuperado por tratamiento de la pasta del filtro. Debe entenderse que la recuperación del disolvente, puede realizarse por una serie de métodos tales como evaporadores de película depositada por tratamiento pudiéndose emplear también otros medios similares si se desea, para recuperar el disolvente.

El producto remanente del evaporador 7, el cual es líquido en este momento, puede usarse como tal, o puede bombearse sobre una banda 15, de acero que gira de modo continuo en donde se enfría y solidifica. Este producto que solidifica por enfriamiento, es muy quebradizo y se rompe en pedazos hasta que cae finalmente de la banda. Se pueden usar otros métodos también, para recuperar el producto, como por ejemplo, enfriamiento por rociado de nuevo si se desea, el producto puede retenerse en estado líquido y usarse como tal.

Este producto quebradizo resultante, recuperado del evaporador 7, es un hidrocarburo que tiene poca semejanza con el combustible de alimentación cargado en el sistema. Como en la torta del filtro, en el producto queda una cantidad sustancial de disolvente recuperable, que va de 15% a 60% aproximadamente. La naturaleza de este producto se cree fácilmente evidente por las siguientes propiedades del mismo, que se exponen junto a las propiedades correspondientes del carbón mineral de Kentucky N<sup>o</sup> 11.

320700

14



Análisis del producto del procedimiento  
comparado con el carbón mineral de Kentucky N<sup>o</sup> 11

	Producto del procedimiento	Carbón mineral Ken- tucky N <sup>o</sup> 11 MAF
	88 - 89	78,45
Carbono, %		
Hidrógeno, %	5,0 - 5,3	5,20
5 Nitrógeno, %	1,5 - 1,8	1,19
Azufre, %	inferior a 1,0	3,74
Oxígeno, %	3,00 - 3,50	11,40
Materia volátil, %	15,0 - 60,0	42,88
Cenizas, %	inferior a 0,5	7,33
10 Punto de fusión, °C	120 - 280	---
Densidad, gr/cc.	1,2 - 1,3	1,33
Kilogramo-calorías/ kilogramo.	8,600 - 9,200	7,766

15 Como puede apreciarse por el análisis anterior, el porcentaje de carbón ha aumentado, y los porcentajes de azufre y oxígeno, han disminuído sustancialmente.

20 El punto de fusión de este producto se influencia mucho por la cantidad de material volátil que queda en el producto. Por ejemplo, si un producto que tiene 39% de materia volátil aproximadamente y un punto de reblandeci-  
 miento de 180°C, se ha tratado de tal forma que queda en él el 50% de material volátil aproximadamente, su punto de fusión descenderá aproximadamente a 130°C.

25 Las curvas de la viscosidad con respecto a la temperatura de este producto son muy pronunciadas y permiten la fluidificación y atomización en los sistemas convencio-  
 nales de combustión, que usan otros combustibles tales como aceites residuales. Se encontró que por calentamiento  
 30 de los productos de este invento, entre 240 y 350°C. se -



hacen suficientemente fluidos para distintas aplicaciones a estas temperaturas, esto es, para combustibles. El aspecto económico del invento hace que los productos de este invento, compitan con el aceite residual y otros combustibles para muchos usos tales como, para su uso en turbinas de gas, en aplicaciones, tales como en ferrocarriles y semejantes.

Los siguientes ejemplos aclararán e ilustrarán más específicamente la naturaleza del invento y la forma en que el mismo puede llevarse a cabo en la práctica, pero debe entenderse que el invento no se limita a los ejemplos específicos que se exponen a continuación.

#### EJEMPLO I

Carbón mineral de Kentucky nº 11, que tiene el mismo análisis dado anteriormente para él, se disolvió en un disolvente recuperado de operaciones previas de extracción (de acuerdo con este procedimiento) en las siguientes condiciones:

#### Condiciones del procedimiento:

Presión total de gas Kg/cm <sup>2</sup> (manométricos)	70
Hidrógeno en el gas, %	80
Temperatura, °C.	410
Relación disolvente/carbón mineral	3/1

La suspensión carbón mineral disolvente, se calentó en 12 a 20 segundos a la temperatura de reacción de 410°C. aproximadamente, y se continuó la disolución hasta que la

320700



"Viscosidad Relativa" resultante de la solución subió y -  
 luego bajó a 3,43. Después de ésto, la solución se filtró  
 a esta viscosidad, separándose del residuo no disuelto de  
 carbón mineral, seguido por tratamiento del filtrado para  
 5 separar el disolvente de reciclo del producto. El produc-  
 to resultante tenía el siguiente análisis:

	Carbono, %	88,15
	Hidrógeno, %	5,23
10	Azufre, %	1,17
	Nitrógeno, %	1,54
	Oxígeno, %	3,42
	Ceniza, %	0,48
	Materia volátil, %	36,6
15	Punto de fusión, °C	220
	Densidad, gr./cc.	1,24
	Kilogramo-calorías/kilogramo	8,760

#### EJEMPLO II

En este ejemplo, el carbón mineral Kentucky nº 11,  
 20 se disolvió de nuevo, usando un disolvente obtenido de --  
 operaciones previas de extracción (según este procedimien-  
 to) en las siguientes condiciones:

#### Condiciones del procedimiento:

25	Presión total de gas,	
	kilogramo/cm <sup>2</sup> (manométricos)	70
	Hidrógeno en el gas, %	80
	Temperatura, °C	420
	Relación disolvente/carbón mineral	2/1



El procedimiento fué el mismo que en el ejemplo I, pero la disolución se continuó hasta que la "Viscosidad - relativa" de la solución resultante subió y a continua---  
 ción descendió hasta 4,57. La solución se separó a conti-  
 nuación por filtración del residuo no disuelto de carbón  
 5 mineral y fué seguido por la separación del disolvente --  
 del producto (de la filtración), para obtener un producto  
 que tiene las siguientes propiedades:

	Carbón, %	88,90
10	Hidrógeno, %	5,07
	Azufre, %	0,94
	Nitrógeno, %	1,83
	Geniza, %	0,23
	Oxígeno, %	3,03
15	Materia volátil, %	39,35
	Punto de fusión, °C	1802
	Densidad gr/cc,	1,26
	Kilogramo-calorías/kilogramo	8.874

20 Las propiedades de los productos anteriores de los  
 Ejemplos I y II, se recogen en la Tabla siguiente, junto  
 con las propiedades correspondientes al carbón mineral de  
 Kentucky nº 11, con fines comparativos:

# 320700



14 D

Análisis de los productos del Ejemplo I y II  
comparados con el carbón mineral de partida

	<u>Producto</u> <u>Ejemplo I</u>	<u>Producto</u> <u>Ejemplo II</u>	<u>Carbón mineral</u> <u>de Kentucky nº</u> <u>11, MAF</u>	
5	Ceniza, %	0,48	0,23	7,33
	Carbono, %	88,16	88,90	78,45
	Hidrógeno, %	5,23	5,07	5,20
	Nitrógeno, %	1,54	1,83	1,19
10	Azufre, %	1,17	0,94	3,74
	Oxígeno, %	3,42	3,03	11,40
	Materia volátil, %	33,6	39,35	42,88
	Kilogramo-caloría/kilogramo	8,760	8,874	7,756
15	Densidad, gr/cc,	1,24	1,26	1,33
	Punto de fusión, °C	220	180	---

Para comparar de nuevo los productos del Ejemplo I, con el carbón mineral original, se coquizaron muestras de 500 gramos de cada uno, en una retorta de laboratorio, -- hasta una temperatura final de 750°C., aproximadamente.

Los resultados de la coquización de las dos muestras, se reúnen en la Tabla siguiente:



	<u>Ejemplo I</u>		<u>Carbón mineral de Kentucky nº 11</u>	
Rendimiento de líquido	163,8 gms.	32,57%	101,5 gms.	20,30%
Rendimiento de coque	<u>332,6 gms.</u>	<u>66,52%</u>	<u>314,0 gms.</u>	<u>62,8 %</u>
5 Total	496,4 gms.	99,27%	415,5 gms.	83,1%
Gas más pérdidas	---	---	84,5 gms.	17 %

10 **Análisis del coque producido:**

10 Carbono, %	93,59	82,88
Hidrógeno, %	1,24	0,77
Azufre, %	1,24	2,30
Geniza, %	2,40	13,20
15 Materia volátil, %	2,37	1,94
Kilogramo-caloría/ kilogramo	7,758	6,979

20 Aunque el invento se ha descrito con respecto a materia--  
realizaciones y detalles específicos, serán evidentes  
para los especialistas en la técnica, distintas modifica--  
ciones y cambios del alcance del invento y se considera--  
rán dentro del invento.

25 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en  
los Estados Unidos de América, con fecha 18 de Enero de -  
1.965, bajo el Número 426.340, se acoge a los beneficios  
del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad In--  
dustrial.

320700



N O T A

5 Los puntos de invención, propia y nueva, que se pre-  
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente -  
de Invención, en España, por VEINTE años, son los siguien-  
tes:

10 12. - Un procedimiento para preparar un combustible  
revalorizado o mejorado, sustancialmente libre de ceniza,  
con bajo contenido de azufre, a partir de combustible car-  
bonoso, caracterizado por (A) calentar en una atmósfera -  
de hidrógeno de por lo menos 35 kilogramos por centímetro  
cuadrado, una mezcla que consta de un combustible carbonoso,  
finamente dividido y un disolvente orgánico que tiene  
un punto de ebullición en el intervalo de 150-750°C., a -  
15 una temperatura en el intervalo de 370-500°C.: (B) mante-  
ner dicha mezcla en dicha atmósfera a dicha temperatura,  
hasta que la viscosidad relativa de dicha mezcla, aumenta  
primero, a por lo menos 10, y luego desciende por debajo  
de 10; (C) separar la solución resultante del residuo no  
20 disuelto de dicho combustible carbonoso, mientras la vis-  
cosidad relativa de dicha solución es inferior a 10; y --  
(D) recuperar el disolvente que tiene un punto de ebulli-  
ción en el intervalo de 150-750°C., de dicha solución.

25 22. - Un procedimiento según la reivindicación 1, -  
caracterizado porque la mezcla del combustible carbonoso  
finamente dividido y el disolvente, se convierten primero  
en una suspensión.

30 32. - Un procedimiento, según la reivindicación 2, -  
caracterizado porque la relación de disolvente a combusti-  
ble carbonoso, en la suspensión, es de 1:1 aproximadamen--



te a 4:1 aproximadamente.

42. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque el disolvente es altamente aromático y tiene una densidad de 1,1 aproximadamente, y una relación molar carbono a hidrógeno de 1,0:0,9 aproximadamente a 1,0:0,3 aproximadamente.

52. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque la mezcla o suspensión se mantiene en dicha atmósfera a dicha temperatura hasta que la viscosidad relativa aumenta primero por encima de 20 y desciende a continuación por debajo de 10.

62. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque el disolvente recuperado se retorna al procedimiento para mezclarlo con el combustible carbonoso a tratar.

72. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizado porque dicho disolvente es un disolvente obtenido a partir de un tratamiento previo del combustible carbonoso, según dicho procedimiento.

82. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, caracterizado porque dicho mantenimiento de dicha mezcla o suspensión calentada a dicha temperatura, se continúa hasta que la viscosidad relativa de la misma, decrece a por lo menos un valor de 4, y la solución resultante se separa del material mineral no disuelto, mientras la viscosidad relativa de dicha solución no es superior a 4.

92. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, caracterizado porque la mezcla en la forma de una suspensión se introduce en una zona de calentamiento.

320700

14



tamiento, en donde se mantiene a presión con el hidrógeno, se calienta y a continuación se introduce en una zona de solubilización en donde se mantiene hasta que la viscosidad relativa aumenta y disminuye.

5           102. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-9, caracterizado porque (a) el mencionado mantenimiento de dicha suspensión a dicha temperatura, se continúa hasta que el disolvente total existente en ella, que tiene un punto de ebullición en el intervalo de 150-  
10           750°C, aumenta por porciones disueltas de dicho combustible hasta una cantidad de por lo menos 130% de la cantidad original del disolvente introducido en dicho procedimiento, y (b) el mencionado disolvente recuperado comprende una cantidad de por lo menos el 90% de la cantidad del disolvente introducido originalmente en dicho procedimiento.

15           112. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-10, caracterizado porque la mezcla en la forma de una suspensión se introduce en una zona alargada de tratamiento y mientras dicha suspensión avanza a través de dicha zona alargada, la temperatura de dicha suspensión  
20           se eleva hasta que la temperatura alcanza 375-440°C., se añade hidrógeno a la suspensión antes de que alcance su temperatura máxima, y se lleva a cabo el nuevo tratamiento.

25           122. - Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, caracterizado porque la solución se se para del residuo no disuelto por filtración.

          132. - Un procedimiento, según la reivindicación 12, caracterizado porque el filtrado se enfría para recuperar el combustible en forma sólida.

30           142. - Un procedimiento, según cualquiera de las rei



vindicaciones 1-13, caracterizado porque dicho mantenimien-  
to de dicha suspensión calentada a dicha temperatura, se -  
continúa hasta que la viscosidad relativa desciende a un -  
intervalo de 1 1/2 aproximadamente a 2 aproximadamente, y  
5 la solución resultante se separa de la materia mineral, no  
disuelta, mientras la viscosidad relativa de dicha suspen-  
sión tratada, está en el intervalo de 1 1/2 aproximadamen-  
te a 2 aproximadamente.

152. - Un procedimiento, según la reivindicación 1,  
10 para preparar en forma continua el combustible sustancial-  
mente libre de ceniza con bajo contenido de azufre, carac-  
terizado por (a) formar de forma continua una suspensión -  
del combustible carbonoso finamente dividido con el disol-  
vente, la mayor parte del cual, se obtiene en una fase se-  
15 cundaria (1), de un tratamiento previo del combustible ---  
carbonoso, según este mencionado procedimiento, preparán--  
dose dicha suspensión de forma que contenga de 100 a 400 -  
partes de disolvente por 100 partes de combustible carbo--  
noso; (b) calentar en forma continua la suspensión desde -  
20 la etapa (a) en una zona de disolución, en la cual, la so-  
lución se calienta a la temperatura en el intervalo de 370  
2 C. a 5002 C. aproximadamente; (c) introducir gas de for-  
ma continua en la zona de disolución para mantener una pre-  
sión de gas de 35 a 140 kilogramos por centímetro cuadrado  
25 en la zona de disolución, constando dicho gas, de por lo -  
menos 70 volúmenes por ciento aproximadamente de hidrógeno,  
y siendo el resto sustancialmente gases de hidrocarburo; -  
(d) retirar en forma continua una corriente líquida y los  
gases asociados de la zona de disolución; (e) recuperar de  
30 forma continua los gases asociados de la corriente líquida

320700

14 D



de la etapa (d); (f) separar el sulfuro de hidrógeno y el dióxido de carbono de dicho gas recuperado; (g) reciclar una parte de dicho gas libre de sulfuro de hidrógeno y -- dióxido de carbono, a la etapa (c); (h) filtrar de forma  
5 continúa la corriente líquida de la etapa (d), para separar la material mineral y cualquier carbón no disuelto; y (i) separar de forma continua las fracciones de disolvente que tienen puntos de ebullición que están en el intervalo de 150° C a 750° C. aproximadamente del filtrado de  
10 la etapa (h), y reciclar dichas fracciones de disolvente a la etapa (a), manteniéndose el tiempo de estancia del - carbón en la zona de disolución, la temperatura en la zona de disolución, y la presión de gas en la zona de disolución, de forma que la corriente líquida retirada de la  
15 zona de disolución en la etapa (d), tiene una viscosidad relativa de 1 1/2 a 10.

162. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-15, caracterizado porque el combustible carbonoso tratado es carbón mineral.

20 172. - Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-16, caracterizado porque el combustible carbonoso tratado es carbón bituminoso.

182. - Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-15, caracterizado porque el combustible -  
25 carbonoso tratado es lignito.

192. - Un procedimiento para preparar un combustible revalorizado o mejorado, sustancialmente libre de ceniza.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los -  
30 fines que se han especificado.

320700

14 D



La presente Memoria consta de veintiseis hojas, escritas a máquina por una sola cara:

Madrid, 14 DIC. 1965

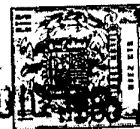
P.A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poder.

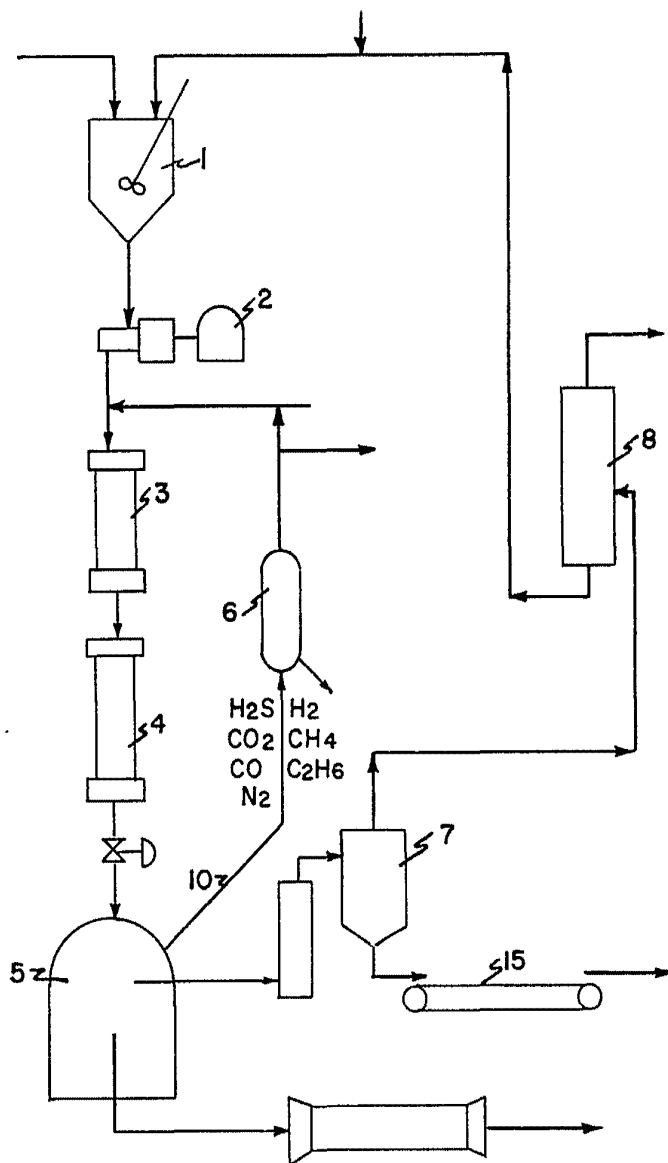
SPAIN

CHEMICAL INVESTORS, S.A. I/I

ESCALA VARIABLE



320700



Alberto de Elizabym  
Por Goda