

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 811 232**

51 Int. Cl.:

C22B 7/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.12.2010 PCT/EP2010/007627**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.06.2011 WO11072841**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.12.2010 E 10792841 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.05.2020 EP 2513348**

54 Título: **Proceso para recuperar metales a partir de una corriente rica en hidrocarburos y residuos carbonáceos**

30 Prioridad:

14.12.2009 IT MI20092182

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

11.03.2021

73 Titular/es:

**ENI S.P.A. (100.0%)
Piazzale E. Mattei 1
00144 Rome, IT**

72 Inventor/es:

**BARTOLINI, ANDREA;
POLLESEL, PAOLO;
SENTIMENTI, EMILIO y
CHECCHIN, MICHELE**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 811 232 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 recuperar metales a partir de una corriente rica en hidrocarburos y residuos carbonáceos

- 5 La presente invención se relaciona con un proceso para recuperar metales de una corriente rica en hidrocarburos y residuos carbonáceos, en el que los metales pueden dispersarse en la forma de agregados que tienen dimensiones sustancialmente inferiores a un milímetro, tal como por ejemplo en corrientes de purga de procesos de hidrot ratamiento en fase de pasta.
- 10 En la literatura de patentes se conocen diversos procesos para la conversión de materias primas pesadas, tales como petróleos crudos, pesados y extrapesados, y residuos de destilación del petróleo crudo, por hidrot ratamiento en fase de pasta.
- 15 Algunos procesos comprenden el uso combinado de tres unidades de proceso: hidrot ratamiento con catalizadores en fase de pasta de la materia prima pesada, destilación o evaporación instantánea del producto que sale del hidrot ratamiento, desasfaltado en la presencia de solventes del residuo de destilación o líquido que abandona la unidad de evaporación instantánea que contiene el catalizador en fase dispersa, rico en sulfuros metálicos producidos por desmetalización de la materia prima y posiblemente coque (IT-MI95A1095; IT-MI2001A001438; IT-MI2004A2446).
- 20 En los procesos descritos anteriormente, generalmente es necesario realizar una purga para evitar que los compuestos tales como los sulfuros de los metales presentes en la materia prima de partida se acumulen excesivamente en el reactor de hidrot ratamiento, lo que puede efectuarse de acuerdo con el proceso sobre la corriente de asfaltos que sale de la sección de desasfaltado o sobre el residuo de destilación o líquido que sale de la unidad de evaporación instantánea.
- 25 Para reducir significativamente la cantidad y permitir que al menos parte del catalizador, que todavía está activo, se recicle al reactor de hidrot ratamiento, la solicitud de patente IT-MI2003A000693 propone la inserción de una sección secundaria de tratamiento posterior de la corriente de purga.
- 30 En esta solicitud de patente, la corriente de purga se envía a una sección de tratamiento con un solvente adecuado para la separación del producto en una fracción sólida y una fracción líquida de las que dicho solvente puede eliminarse posteriormente.
- 35 La sección de tratamiento del efluente de purga, preferiblemente en una cantidad que varía de 0.5 a 10% en volumen con respecto a la materia prima fresca, consiste en un paso de eliminación de aceite con un solvente (tolueno o gasóleo u otras corrientes ricas en compuestos aromáticos) y una separación de la fracción sólida de la fracción líquida.
- 40 La fracción sólida se puede eliminar como tal o, más ventajosamente, se puede enviar a un tratamiento de recuperación selectiva del metal o metales de transición contenidos en el catalizador de transición (por ejemplo, Mo) con respecto a los otros metales presentes en el residuo inicial (por ejemplo, Ni y V), para efectuar el posible reciclaje de la corriente rica en el metal de transición (Mo) al reactor de hidrot ratamiento.
- 45 El paso de eliminación de aceite consiste en el tratamiento de la corriente de purga, que representa una fracción mínima de la corriente de asfaltos que proviene desde la sección de desasfaltado (SDA) hasta la planta de hidrot ratamiento primario de la materia prima pesada, con un solvente que sea capaz de llevar la mayor cantidad posible de compuestos orgánicos a la fase líquida, dejando los sulfuros metálicos, el coque y los residuos carbonáceos más refractarios (insolubles en tolueno o productos similares) en fase sólida.
- 50 Después de que se haya completado la fase de mezcla entre el solvente y la corriente de purga, el efluente, mantenido bajo agitación, se envía a una sección de separación de la fase líquida de la fase sólida, por ejemplo, por decantación, centrifugación o filtración.
- 55 La fase líquida se puede enviar luego a una fase de extracción o recuperación del solvente, que se recicla a la primera etapa de tratamiento (eliminación de aceite) de la corriente de purga, o se puede reciclar al reactor de hidrot ratamiento.
- 60 Otras solicitudes de patente recientes (IT-MI2007A1045, IT-MI2007A1044) sobre la hidroconversión de petróleos pesados describen procesos que comprenden enviar el petróleo pesado a un paso de hidrot ratamiento efectuado en un reactor de acumulación sólido adecuado con un catalizador de hidrogenación en fase en suspensión, en el cual se introduce hidrógeno, obteniendo los productos de conversión en fase de vapor y en la que los sólidos suministrados y generados por los petróleos pesados que se van a convertir se eliminan mediante purga.
- 65 Otra solicitud de patente reciente (IT-MI2007A1198) sobre la hidroconversión de petróleos pesados describe un proceso que comprende enviar el petróleo pesado a una sección de hidroconversión efectuada en uno o más reactores de lecho ebulldado en los que se introduce hidrógeno en presencia de tanto un catalizador adecuado de hidroconversión, heterogéneo, soportado como un catalizador de hidrogenación adecuado nanodisperso en el petróleo pesado y que envía la corriente efluente desde el área de hidroconversión hasta una sección de separación en la que

la fracción líquida separada, que contiene el catalizador nanodisperso, se recicla a los reactores de lecho ebullado a excepción de una purga.

5 También en estas aplicaciones recientes, siempre es necesaria una purga para prevenir que los compuestos anteriores se acumulen excesivamente en el reactor de hidrotatamiento.

10 En todos los procesos mencionados anteriormente, las cantidades de la corriente de purga, aunque extremadamente limitadas con respecto a otras tecnologías de hidrotatamiento, crean en cualquier caso problemas considerables relacionados con su uso o eliminación.

15 El documento US2006/0175229 divulga un proceso para la conversión de materias primas pesadas que comprende la eliminación del aceite de una corriente de purga.

20 Se ha encontrado ahora que las corrientes de purga de procesos de hidrotatamiento en fase de pasta, de las cuales algunas se han descrito anteriormente, pueden tratarse mediante un proceso que comprende al menos una extracción con un agente de hidrofiliación y una posterior lixiviación con una solución alcalina, obteniendo de esta manera un producto final, que consiste esencialmente en especies inorgánicas solubles, adecuado para una recuperación selectiva de los componentes metálicos.

25 El proceso reivindicado también permite el tratamiento de materias primas que contienen cantidades significativas de metales, evitando así problemas tales como la formación de compuestos volátiles, por ejemplo, óxido de molibdeno (VI), que pueden surgir en procesos de oxidación bajo calentamiento.

30 La ventaja estratégica consiste en la recuperación y reutilización del principio activo del catalizador del proceso.

35 También se recuperan grandes cantidades de metales valiosos tales como, por ejemplo, níquel y vanadio, que se usan en la industria metalúrgica.

40 Finalmente, el tratamiento primario hace que las cantidades de hidrocarburos vuelvan a estar disponibles para el proceso, que de otro modo se enviarían para su eliminación, lo que reduce significativamente el volumen de betunes que se van a eliminar y al mismo tiempo aumenta el rendimiento global del proceso de hidrotatamiento.

45 El proceso, objeto de la presente invención, para recuperar metales de una corriente rica en hidrocarburos y residuos carbonáceos por medio de una sección de tratamiento se define por las reivindicaciones adjuntas y se caracteriza porque comprende los siguientes pasos:

- enviar dicha corriente a una extracción mezclando dicha corriente con un agente de hidrofiliación adecuado, es decir, capaz de eliminar las cualidades hidrófobas de dicha corriente;
- 40 • enviar la mezcla que consiste en dicha corriente y dicho agente de hidrofiliación a separación, separando una fase líquida que contiene la mayor parte del agente de hidrofiliación e hidrocarburos disueltos de una fase "sólida";
- 45 • someter preferiblemente la fase "sólida" separada a secado efectuado a una temperatura máxima de 350 °C con el fin de eliminar los componentes de hidrocarburo medio-liviano de la fase "sólida";
- enviar la fase "sólida" separada, preferiblemente seca, a lixiviación con una solución alcalina en la presencia de aire y/u oxígeno y posiblemente en la presencia de un agente emulsionante o su precursor;
- 50 • enviar la mezcla lixiviada a separación, separando el residuo sólido del licor.

El residuo sólido puede ya sea eliminarse o tratarse para recuperar los metales presentes no lixiviados.

55 El licor puede tratarse para recuperar los metales. En el caso de la presencia de molibdeno y vanadio en el licor, por ejemplo, puede usarse el proceso reivindicado en la solicitud de patente IT-MI2001A001111.

Las corrientes que se van a tratar, tales como las corrientes de purga, generalmente pueden ser mezclas bituminosas que consisten, por ejemplo, en:

- 60 • Sólidos (es decir, componentes no solubles en tetrahidrofurano);
- Especies metálicas (predominantemente sulfuros de Ni, V, Fe, Mo, Cr);
- Residuos carbonáceos;
- 65 • Líquidos (es decir, componentes solubles en tetrahidrofurano);

- Hidrocarburos (sustancialmente con un punto de ebullición superior a 170 °C)

- Asfaltenos

5 • Especies orgánicas que contienen azufre

- Especies orgánicas que contienen nitrógeno

10 La corriente rica en hidrocarburos y en residuos carbonáceos, antes de ser enviada al paso de extracción, se envía a un tratamiento primario, efectuado en uno o más pasos, en el que dicha corriente se trata en presencia de un agente de flujo en un aparato adecuado a una temperatura que varía de 80 a 180 °C, preferiblemente de 100 a 160 °C, y se somete a separación líquido/sólido con el fin de obtener un producto clarificado que consiste sustancialmente en líquidos y una fase rica en sólidos (torta o panel) enviados a dicho paso de extracción.

15 El agente de flujo, cuya función es:

- reducir el contenido de asfaltenos asociados con la fase de la torta mediante una simple mezcla

20 • reducir la viscosidad de la corriente enviada para enriquecimiento de los "sólidos" en la fase de torta,

se selecciona entre las corrientes disponibles en la planta que tienen un punto de fluidez inferior a 180 °C, por ejemplo, VGO (Gasóleo de Vacío) y LCO (Aceite de Ciclo ligero).

25 El paso de tratamiento primario, que se realiza con el propósito de:

- reducir el peso de los "líquidos" asociados con los "sólidos" en un factor de al menos 2

- mantener al menos el 80% de los sólidos en la fase de torta,

30 puede realizarse en un solo paso o en varios pasos, preferiblemente de 2 a 5.

Una ventaja del tratamiento de múltiples pasos es una reducción más marcada en el contenido de asfaltenos e hidrocarburos con un punto de ebullición superior a 300 °C en la fase de la torta y una torta más fácilmente transportable.

35 En el caso de un solo paso, el agente de flujo se alimenta preferiblemente en paralelo con respecto a la corriente que se va a tratar.

40 En el caso de diversos pasos, el agente de flujo se alimenta preferiblemente a contracorriente con respecto a la corriente que se va a tratar, ya que, en cada paso, el sólido separado en la separación se envía al paso de tratamiento posterior, el líquido separado en la separación se recicla, como agente de flujo, al paso de tratamiento anterior.

45 Este tratamiento primario se efectúa en aparatos que permiten la separación por medio de un tratamiento físico con base en las diferentes densidades/dimensiones líquido-sólido, tales como, en particular, prensas de filtro, centrifugas, centrifugas decantadoras e hidrociclones. La centrifuga decantadora es el aparato preferido.

En el caso de más de un paso, los aparatos pueden ser diferentes, sin embargo, es preferible usar una centrifuga decantadora en el primer paso.

50 El paso de secado opcional tiene como objetivo eliminar la fracción de hidrocarburos de la fase "sólida", minimizando la entidad del craqueo térmico.

55 Se lleva a cabo preferiblemente moviendo dicha fase "sólida" final bajo calor y en una atmósfera inerte, a temperaturas preferiblemente de hasta 350°C, más preferiblemente hasta 280 °C, y presiones preferiblemente de 1 bar o bajo vacío hasta 0.05 bar, y en un posible flujo de gas inerte (por ejemplo, nitrógeno).

Entre las ventajas de la operación de secado está la formación de un producto final que puede transportarse y almacenarse fácilmente.

60 El agente de hidrofiliación se selecciona de tetrahidrofurano, furfurool, n-metil-2-pirrolidona, isobutanol, piperidina, pirrolidina, piridina, metil-tetrahidrofurano, diglima, LCO y VGO, más preferiblemente de tetrahidrofurano y metil-2-pirrolidona.

65 El agente de hidrofiliación es preferiblemente al menos parcialmente soluble en fase acuosa.

La fase líquida que contiene la mayor parte del agente de hidrofiliación y los hidrocarburos disueltos puede someterse preferiblemente a separación, separando el agente de hidrofiliación, que se recicla al paso de extracción, desde los hidrocarburos.

5 El paso de lixiviación puede realizarse preferiblemente operando a temperaturas que oscilan entre 50 y 250°C y presiones que varían desde la presión atmosférica hasta 100 bares.

El metal alcalino en solución puede seleccionarse preferiblemente de sodio y potasio con una concentración que preferiblemente varía de 0.3 a 2 g/g de sólido.

10 Este paso de lixiviación se lleva a cabo posiblemente en la presencia de un agente dispersante o su precursor.

Los vapores que salen del paso de secado pueden condensarse y reciclarse al paso de extracción o pueden enviarse al soplete.

15 Algunas realizaciones de la presente invención se proporcionan ahora con la ayuda de las figuras adjuntas que, sin embargo, no deberían considerarse como limitantes del alcance de la propia invención.

En la figura 1, el proceso objeto de la presente invención está esquematizado.

20 La mezcla (BM) bituminosa se somete a un tratamiento (PT) primario en la presencia de un agente (F) de flujo separando así una corriente sustancialmente líquida (el producto clarificado) (FB), el betún en flujo (que va a ser reciclado a la unidad de hidrotatamiento), y una fase rica en sólidos (P).

25 La fase rica en sólidos (P) se envía al paso (EX) de extracción efectuado mezclando dicha fase rica en sólidos con un agente (IA) de hidrofiliación para disolver parte de los hidrocarburos presentes en la misma fase, en el propio agente de hidrofiliación.

30 La mezcla (C) así obtenida se envía a un paso (SEP1) de separación obteniendo una fase (LIQ) líquida que contiene la mayor parte del agente de hidrofiliación e hidrocarburos disueltos de una fase (SOL) "sólida".

La fase (LIQ) líquida se somete a separación (SEP2) separando los hidrocarburos (HC) del agente (IA) de hidrofiliación que se recicla al paso (EX) de extracción.

35 La fase (SOL) "sólida" separada se somete preferiblemente a un paso (E) de secado con el fin de eliminar los componentes que tienen un punto de ebullición inferior a una temperatura que varía de 300 a 350°C de la fase "sólida".

40 Los hidrocarburos con un punto de ebullición inferior a 300-350 °C (VAP) se recuperan por secado y, después de condensarse en el condensador (CD), pueden reciclarse al paso (EX) de extracción y/o formar una compensación (F) en flujo y/o destinarse a otros usos en la refinería y/o enviarse a una antorcha.

La fase "sólida" separada (ES), posiblemente seca, se somete a lixiviación (LC) con una solución (AS) alcalina, en la presencia de aire y/u oxígeno y posiblemente en la presencia de un agente (DIS) dispersante.

45 La mezcla (LM) lixiviada se envía a un paso (SEP3) de separación adicional que separa el residuo (RES) sólido, para ser eliminado o tratado (SM), del licor (LQ), para ser sometido al tratamiento (MS).

En la Figura 2, se esquematiza el tratamiento primario efectuado con un solo paso.

50 La mezcla (BM) bituminosa se somete a un tratamiento (PT) primario en un equipo adecuado (por ejemplo, un decantador (S) centrífugo), después de mezclar en un recipiente (D) agitado adecuado con un agente (F) de flujo en paralelo con respecto a la mezcla bituminosa, separándola en el separador (S) en un líquido (L), el producto clarificado, en el que pueden estar presentes pequeñas cantidades de sólidos, y en una fase rica en sólidos (P).

55 En la figura 3, se esquematiza el tratamiento primario efectuado en múltiples pasos (2 pasos).

60 La mezcla (BM) bituminosa se somete a un primer paso (PT1) de tratamiento primario en un aparato adecuado (por ejemplo, una centrífuga (S1) decantadora) con un agente (F1) de flujo, separándola en el separador (S1) en un líquido (L1), el producto clarificado final, y en una fase intermedia rica en sólidos (PI), que se envía al segundo paso (PT2) del tratamiento primario efectuado en otro aparato adecuado (por ejemplo, un decantador (S2) centrífugo), con un agente (F2) de flujo nuevo, separándola en un líquido (L2), el producto clarificado intermedio, que se recicla y utiliza, posiblemente después de la adición de otro agente de flujo nuevo, como el agente (F1) de flujo en el primer paso, y en una fase rica en sólidos (P2).

65 Como se muestra en la Fig. 3, en el agente de flujo de tratamiento de múltiples pasos y la mezcla de betún, los flujos relativos están predominantemente a contracorriente.

Se proporcionan algunos ejemplos realizados sobre un material producido a partir de una planta piloto de hidrotatamiento en fase de pasta, que tiene un contenido orgánico superior al 80% en peso, para una mejor ilustración de la invención.

5

Estos ejemplos no deben considerarse como limitativos del alcance de la invención.

Ejemplo 1

10 Se someten 10 g de purga de una planta de hidrotatamiento en fase de pasta a un tratamiento de solubilización de metales en una solución alcalina, realizada bajo las siguientes condiciones:

- Concentración de la muestra en la solución alcalina: 50g/l
- NaOH: 0.6g/g de muestra
- 15 • Temperatura :80°C
- Presencia de oxígeno
- Rata de agitación: 600 rpm

20

Al final del tratamiento, los rendimientos de lixiviación en los metales obtenidos fueron insignificantes (<5%).

Ejemplo 2

25

El ejemplo 2 se llevó a cabo bajo las mismas condiciones que el ejemplo 1, añadiendo ácido nafténico a la dispersión con el fin de mejorar la humectabilidad del sólido.

Los rendimientos son mucho más altos, como se indica en la Tabla 1.

Ejemplo 3

30

Una muestra del mismo material se dispersa en Aceite de Ciclo ligero (LCO) con relaciones en peso de 1:2 (muestra: LCO) y la dispersión resultante se filtra en un filtro de bomba de 0.5 micrones bajo presión de nitrógeno.

35

El panel resultante, no lavado y que todavía contiene hidrocarburos, se somete a secado a 170 °C durante 8 horas en un ambiente inerte para eliminar los componentes orgánicos ligeros.

El producto final, sometido al mismo tratamiento de lixiviación descrito en el Ejemplo 1, muestra un aumento en el grado de recuperación de los metales, como se muestra en la Tabla 1.

40

Ejemplo 4

Una torta obtenida como se describe en el Ejemplo 3, no seca, se dispersa por segunda vez con LCO, en una relación en peso de 1:5.

45

La dispersión se filtra nuevamente con el mismo procedimiento seguido en el Ejemplo 3.

El panel resultante se seca a 280 °C en un ambiente inerte y se somete al mismo tratamiento de lixiviación descrito en el Ejemplo 1.

50

Los rendimientos de lixiviación se indican en la Tabla 1.

Ejemplo 5

55

Una torta como en el Ejemplo 3, no seca, se trata con tetrahidrofurano (THF) en una relación de 1:10, se filtra y luego se seca a 100°C en un ambiente inerte.

El producto seco final se somete a lixiviación como en el Ejemplo 1; los resultados se indican en la Tabla 1.

Ejemplo 6

60

Una torta como en el Ejemplo 3, no secada, se trata con tolueno en una proporción de 1:10, se filtra y luego se seca a 100°C.

El producto seco final se trata como se describe en el Ejemplo 1; los resultados se indican en la Tabla 1.

65

Ejemplo 7

ES 2 811 232 T3

Se tratan 10 g del mismo material de partida que en el Ejemplo 1 con THF en una proporción de 1:40. La dispersión se filtra como en el Ejemplo 3 y el panel se seca a 100 °C y luego se somete a lixiviación bajo las mismas condiciones que el Ejemplo 1.

5 Los rendimientos se indican en la Tabla 1.

Ejemplo 8

Se tratan 10 g del mismo material de partida con N-metil-2-pirrolidona en una proporción de 1:10.

10

La suspensión se filtra, se seca a 170 °C en un ambiente inerte y luego se somete a lixiviación como en Ejemplo 1.

Los resultados se indican en la Tabla 1.

15

Tabla 1

Ejemplo	Rendimiento de lixiviación	
	Mo	V
1	<5%	<5%
2	15%	25%
3	38%	41%
4	75%	88%
5	80%	87%
6	55%	71%
7	97%	94%
8	94%	95%

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para recuperar metales de mezclas bituminosas que consisten en

- 5 - Componentes sólidos no solubles en tetrahidrofurano.
- Especies metálicas
- Residuos carbonáceos
- 10 - Componentes líquidos solubles en tetrahidrofurano.
- Hidrocarburos con un punto de ebullición superior a 170 °C
- 15 - Asfaltenos
- Especies orgánicas que contienen azufre
- Especies orgánicas que contienen nitrógeno

20 mediante una sección de tratamiento caracterizada porque comprende los siguientes pasos:

- 25 • enviar dicha corriente a una extracción mezclando dicha corriente con un agente de hidrofiliación, es decir, capaz de eliminar las cualidades hidrófobas de dicha corriente seleccionada de tetrahidrofurano, furfurool, n-metil-2-pirrolidona, isobutanol, piperidina, pirrolidina, piridina, metil-tetrahidrofurano, diglima, Aceite de Ciclo ligero, Gasóleo de Vacío;
- enviar la mezcla que consiste en dicha corriente y dicho agente de hidrofiliación a separación, separando una fase líquida que contiene la mayor parte del agente de hidrofiliación e hidrocarburos disueltos de una fase sólida;
- 30 • someter preferiblemente la fase sólida separada a un secado efectuado a una temperatura máxima de 350 °C con el fin de eliminar los componentes de hidrocarburo medio-liviano de la fase sólida;
- enviar la fase sólida separada, preferiblemente seca, a lixiviación con una solución alcalina en presencia de aire y/u oxígeno y posiblemente en presencia de un agente emulsionante o su precursor;
- 35 • enviar la mezcla lixiviada a separación, separando un residuo sólido del licor,

40 caracterizado porque dichas mezclas bituminosas se alimentan, antes de enviarse al paso de extracción, a un tratamiento primario, llevado a cabo en uno o más pasos, en el que dicha mezcla bituminosa se trata en presencia de un agente de flujo seleccionado de las corrientes disponibles en el proceso que tiene un punto de fluidez inferior a 180 °C, en un aparato adecuado a una temperatura que oscila entre 80 y 180 °C y se somete a separación líquido/sólido para obtener un producto clarificado que consiste sustancialmente en líquidos y una fase rica en sólidos enviados a dicho paso de extracción.

45 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tratamiento primario se efectúa a una temperatura que varía de 100 a 160°C.

50 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el paso de tratamiento primario se efectúa en un solo paso en la que el agente de flujo es paralelo con respecto a la corriente que se va a tratar.

55 4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el paso de tratamiento primario se efectúa en dos o más pasos en los que el agente de flujo está en contracorriente con respecto a la corriente que se va a tratar, en cada paso, donde el sólido se separa en la separación enviada al paso de tratamiento posterior, el líquido separado en la separación reciclada, como agente de flujo, al paso de tratamiento anterior.

60 5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el secado de la fase sólida se efectúa moviendo dicha fase sólida bajo calor y en una atmósfera inerte, a temperaturas de hasta 350 °C y presiones de 1 bar o bajo vacío hasta 0.05 bar.

6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el secado también se lleva a cabo mediante la descarga de gas inerte.

65 7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la fase líquida que contiene la mayor parte del agente de hidrofiliación y los hidrocarburos disueltos se somete a separación, separando el agente de hidrofiliación, que se recicla al paso de extracción, desde los hidrocarburos.

8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el paso de lixiviación se efectúa operando a temperaturas que varían de 50 a 250°C y a presiones que varían desde la presión atmosférica hasta 100 bares.
- 5 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el metal alcalino en solución se selecciona de sodio y potasio con una concentración que varía de 0.3 a 2 g/g de muestra.
10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el paso de lixiviación se efectúa en presencia de un dispersante o su precursor.
- 10 11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que los vapores que salen del paso de secado se condensan y reciclan al paso de extracción.
- 15 12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el agente de hidrofiliación es al menos parcialmente soluble en fase acuosa.

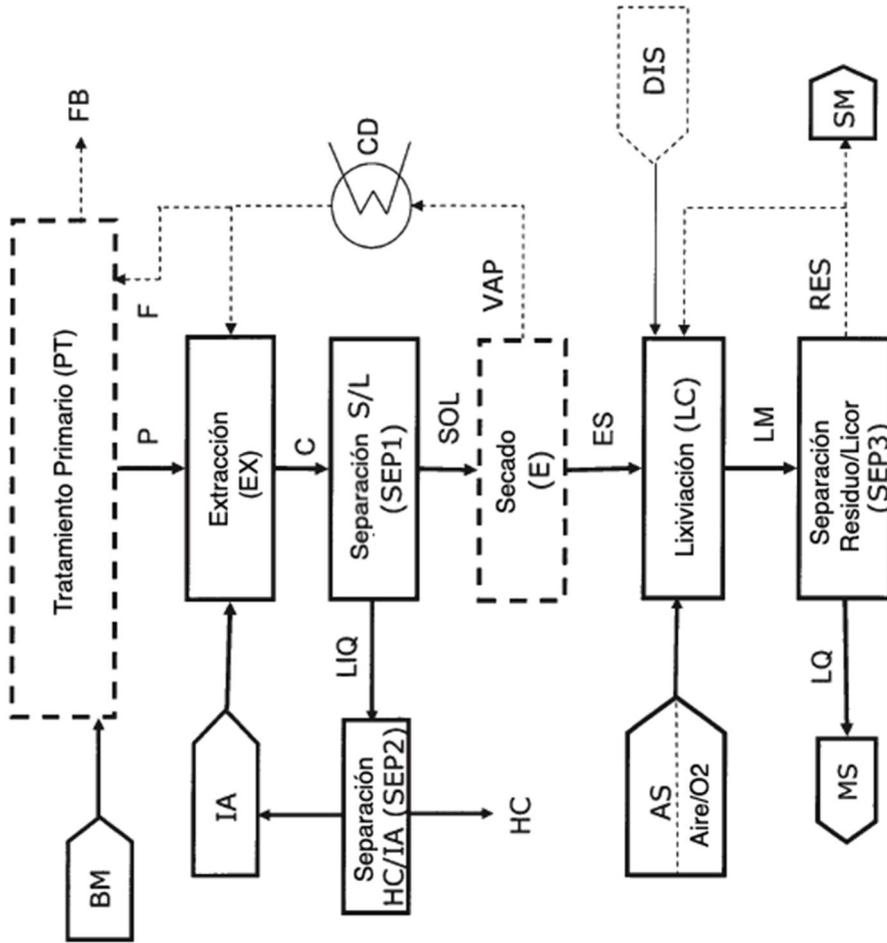


Fig. 1

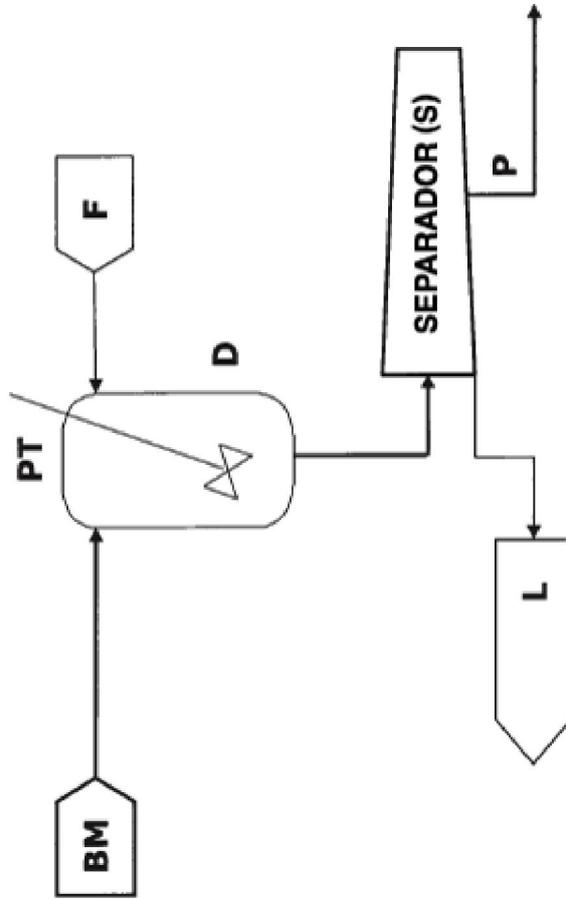


Fig. 2

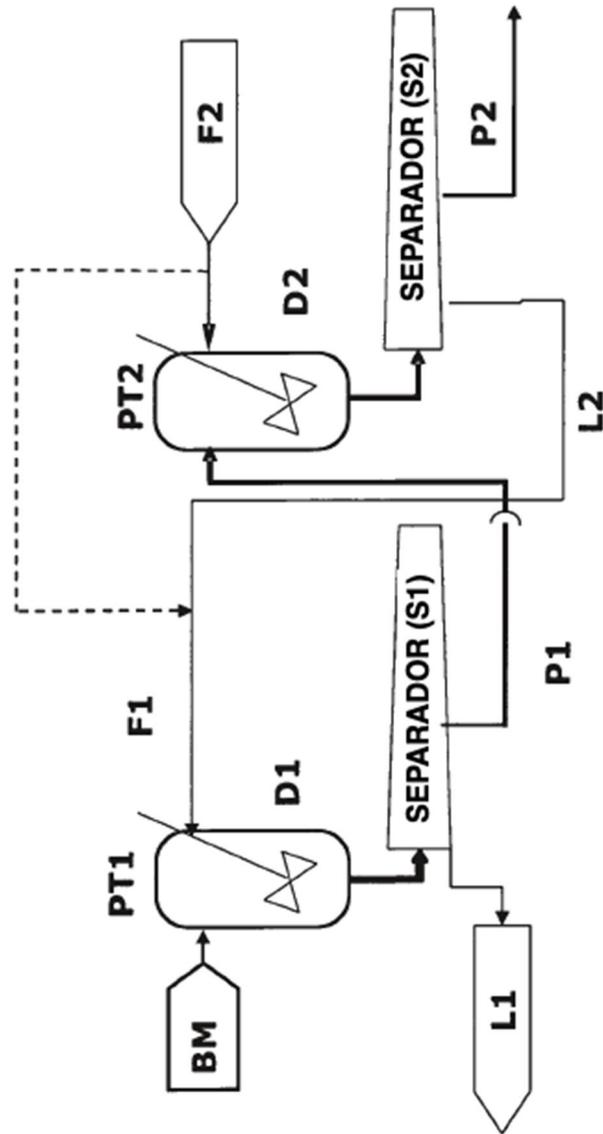


Fig. 3