

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】令和 2 年 11 月 12 日 (2020.11.12)

【公表番号】特表 2019-536883 (P2019-536883A)

【公表日】令和 1 年 12 月 19 日 (2019.12.19)

【年通号数】公開・登録公報 2019-051

【出願番号】特願 2019-539740 (P2019-539740)

【国際特許分類】

C 1 0 G 29/02 (2006.01)

C 1 0 G 29/04 (2006.01)

C 0 1 B 17/30 (2006.01)

【F I】

C 1 0 G 29/02

C 1 0 G 29/04

C 0 1 B 17/30

【手続補正書】

【提出日】令和 2 年 10 月 1 日 (2020.10.1)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

凝集粒子を含む硫黄処理された混合物を提供するために、液体炭化水素中のアルカリ金属硫化物を含む粒子と元素硫黄との第 1 の混合物を、少なくとも 150℃の温度に加熱することと、

脱硫された液体炭化水素および分離された固体を提供するために、前記凝集粒子を前記硫黄処理された混合物から分離することと、
を含む、方法。

【請求項 2】

前記アルカリ金属硫化物が、硫化ナトリウムを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

加熱中に前記第 1 の混合物を混合することをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記第 1 の混合物が、150℃～約 450℃の温度に加熱される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

約 15 p s i ～約 1500 p s i の圧力で起こる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記第 1 の混合物が、15 分～約 2 時間の間加熱される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記粒子を含む液体炭化水素と元素硫黄を組み合わせることによって、前記第 1 の混合物を形成することをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記第 1 の混合物が、アルカリ金属をその金属状態でさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記第 1 の混合物が、前記アルカリ金属硫化物中のアルカリ金属の重量に関して、1 ～ 100 重量%のアルカリ金属をその金属状態で含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 10】

前記第 1 の混合物が、アルカリ金属酸化物、および／またはアルカリ金属以外の金属をさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 11】

前記凝集粒子が、アルカリ金属硫化物および／またはアルカリ金属水硫化物を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 12】

前記凝集粒子が、硫化ナトリウムおよび／または水硫化ナトリウムを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 13】

前記凝集粒子を前記硫黄処理された混合物から分離することが、前記硫黄処理された混合物を濾過、沈降、または遠心分離することを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 14】

前記凝集粒子を前記硫黄処理された混合物から分離することが、前記硫黄処理された混合物を 15℃～150℃で遠心分離することを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 15】

前記脱硫された液体炭化水素が、0.5 重量%以下の硫黄を含有する、請求項1に記載の方法。

【請求項 16】

前記脱硫された液体炭化水素が、残留アルカリ金属を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 17】

前記残留アルカリ金属が、400 ppm～2000 ppmで存在する、請求項1.6に記載の方法。

【請求項 18】

第 2 の混合物を形成するために、前記脱硫された液体炭化水素に塩形成物質を添加することをさらに含み、前記塩形成物質が、前記残留アルカリ金属をアルカリ金属塩に変換する、請求項1.6に記載の方法。

【請求項 19】

前記塩形成物質が、元素硫黄、硫化水素、ギ酸、酢酸、プロパン酸、および水からなる群から選択される、請求項1.8に記載の方法。

【請求項 20】

添加される塩形成物質の量が、残留アルカリ金属のモル量の約 1～約 4 倍に等しい、請求項1.8に記載の方法。

【請求項 21】

前記塩形成物質の添加が、約 150℃～約 450℃の温度で行われる、請求項1.8に記載の方法。

【請求項 22】

前記塩形成物質の添加が、約 50 psi～約 2,500 psi の圧力で行われる、請求項1.8に記載の方法。

【請求項 23】

脱硫および脱金属された液体炭化水素を提供するために、前記アルカリ金属塩を前記第 2 の混合物から分離することをさらに含む、請求項1.8に記載の方法。

【請求項 24】

前記アルカリ金属塩を除去し、前記脱硫および脱金属された液体炭化水素を提供するために、前記アルカリ金属塩を前記第 2 の混合物から分離することが、前記第 2 の混合物を濾過、沈降、または遠心分離することを含む、請求項2.3に記載の方法。

【請求項 25】

洗浄済み固体を提供するために、前記分離された固体を有機液体と混合することと、前

記分離された固体を前記有機液体から分離することと、をさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 2 6】

前記有機液体が、トルエン、キシレン、ヘキサン、およびディーゼルから選択される、請求項2 5に記載の方法。

【請求項 2 7】

前記洗浄済み固体を乾燥することをさらに含む、請求項2 5に記載の方法。

【請求項 2 8】

前記アルカリ金属硫化物を含む粒子と液体炭化水素との混合物を提供するために、硫黄化合物を含む液体炭化水素を、金属状態の溶融アルカリ金属およびキャッピング剤と接触させることをさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 2 9】

前記アルカリ金属が、ナトリウムである、請求項2 8に記載の方法。

【請求項 3 0】

前記キャッピング剤が、水素または C 1 ～ C 6 非環式炭化水素、硫化水素、アンモニア、またはそれらのうちの任意の 2 つ以上の混合物である、請求項2 8に記載の方法。

【請求項 3 1】

前記接触が、250℃～400℃の温度で起こる、請求項2 8に記載の方法。

【請求項 3 2】

前記接触が、400～1500 p s i の圧力で起こる、請求項2 8に記載の方法。

【請求項 3 3】

前記アルカリ金属硫化物を含む粒子と液体炭化水素との前記混合物が、反応容器中で生成され、前記第 1 の混合物および硫黄処理された混合物が、別個の容器中で生成される、請求項2 8に記載の方法。

【請求項 3 4】

前記アルカリ金属をその金属状態で電気化学的に生成することをさらに含む、請求項2 8に記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

[本発明1001]

凝集粒子を含む硫黄処理された混合物を提供するために、液体炭化水素中のアルカリ金属硫化物を含む粒子と元素硫黄との第1の混合物を、少なくとも150℃の温度に加熱することと、

脱硫された液体炭化水素および分離された固体を提供するために、前記凝集粒子を前記硫黄処理された混合物から分離することと、
を含む、方法。

[本発明1002]

前記アルカリ金属硫化物が、硫化ナトリウムを含む、本発明1001の方法。

[本発明1003]

加熱中に前記第1の混合物を混合することをさらに含む、本発明1001または1002の方法。

[本発明1004]

前記第1の混合物が、約150℃～約450℃の温度に加熱される、本発明1001～1003のいずれかの方法。

[本発明1005]

前記第1の混合物が、約300℃～約400℃の温度に加熱される、本発明1001～1004のいずれ

れかの方法。

[本発明1006]

圧力が、約15 p s i ～約1500 p s i である、本発明1001～1005のいずれかの方法。

[本発明1007]

圧力が、約100 p s i ～約400 p s i である、本発明1001～1006のいずれかの方法。

[本発明1008]

前記第1の混合物が、少なくとも15分の間加熱される、本発明1001～1007のいずれかの方法。

[本発明1009]

前記第1の混合物が、15分～約2時間の間加熱される、本発明1001～1008のいずれかの方法。

[本発明1010]

前記粒子を含む液体炭化水素と元素硫黄を組み合わせることによって、前記第1の混合物を形成することをさらに含む、本発明1001～1009のいずれかの方法。

[本発明1011]

前記第1の混合物が、アルカリ金属をその金属状態でさらに含む、本発明1001～1010のいずれかの方法。

[本発明1012]

前記第1の混合物が、前記アルカリ金属硫化物中のアルカリ金属の重量に関して、1～100重量%のアルカリ金属をその金属状態で含む、本発明1011の方法。

[本発明1013]

前記第1の混合物が、アルカリ金属酸化物、および／またはアルカリ金属以外の金属をさらに含む、本発明1001～1012のいずれかの方法。

[本発明1014]

前記凝集粒子が、アルカリ金属硫化物および／またはアルカリ金属水硫化物を含む、本発明1001～1013のいずれかの方法。

[本発明1015]

前記凝集粒子が、硫化ナトリウムおよび／または水硫化ナトリウムを含む、本発明1014の方法。

[本発明1016]

前記凝集粒子を前記硫黄処理された混合物から分離することが、前記硫黄処理された混合物を濾過、沈降、または遠心分離することを含む、本発明1001～1015のいずれかの方法。

[本発明1017]

前記凝集粒子を前記硫黄処理された混合物から分離することが、前記硫黄処理された混合物を15℃～150℃で遠心分離することを含む、本発明1001～1016のいずれかの方法。

[本発明1018]

前記遠心分離が、120℃～140℃で行われる、本発明1017の方法。

[本発明1019]

前記脱硫された液体炭化水素が、0.5重量%以下の硫黄を含有する、本発明1001～1018のいずれかの方法。

[本発明1020]

前記脱硫された液体炭化水素が、残留アルカリ金属を含む、本発明1001～1019のいずれかの方法。

[本発明1021]

前記残留アルカリ金属が、400 p p m ～2000 p p m で存在する、本発明1020の方法。

[本発明1022]

第2の混合物を形成するために、前記脱硫された液体炭化水素に塩形成物質を添加することをさらに含み、前記塩形成物質が、前記残留アルカリ金属をアルカリ金属塩に変換する、本発明1020または1021の方法。

[本発明1023]

前記物質が、元素硫黄、硫化水素、ギ酸、酢酸、プロパン酸、および水からなる群から選択される、本発明1022の方法。

[本発明1024]

添加される塩形成物質の量が、残留アルカリ金属のモル量の約1～約4倍に等しい、本発明1022または1023の方法。

[本発明1025]

前記塩形成物質の添加が、少なくとも150℃の温度で行われる、本発明1022～1024のいずれかの方法。

[本発明1026]

前記塩形成物質の添加が、約150℃～約450℃の温度で行われる、本発明1022～1025のいずれかの方法。

[本発明1027]

前記塩形成物質の添加が、少なくとも15 p s i の圧力で行われる、本発明1022～1026のいずれかの方法。

[本発明1028]

前記塩形成物質の添加が、約50 p s i ～約2, 500 p s i の圧力で行われる、本発明1022～1027のいずれかの方法。

[本発明1029]

脱硫および脱金属された液体炭化水素を提供するために、前記アルカリ金属塩を前記第2の混合物から分離することをさらに含む、本発明1020～1028のいずれかの方法。

[本発明1030]

前記アルカリ金属塩を除去し、前記脱硫および脱金属された液体炭化水素を提供するために、前記アルカリ金属塩を前記第2の混合物から分離することが、前記第2の混合物を濾過、沈降、または遠心分離することを含む、本発明1029の方法。

[本発明1031]

洗浄済み固体を提供するために、前記分離された固体を有機液体と混合することと、前記分離された固体を前記有機液体から分離することと、をさらに含む、本発明1001～1030のいずれかの方法。

[本発明1032]

前記有機液体が、トルエン、キシレン、ヘキサン、およびディーゼルから選択される、本発明1031の方法。

[本発明1033]

前記洗浄済み固体を乾燥することをさらに含む、本発明1031または1032の方法。

[本発明1034]

前記アルカリ金属硫化物を含む粒子と液体炭化水素との混合物を提供するために、硫黄化合物を含む液体炭化水素を、金属状態の溶融アルカリ金属およびキャッピング剤と接触させることをさらに含む、本発明1001～1033のいずれかの方法。

[本発明1035]

前記アルカリ金属が、ナトリウムである、本発明1034の方法。

[本発明1036]

前記キャッピング剤が、水素またはC1～C6非環式炭化水素、硫化水素、アンモニア、またはそれらのうちの任意の2つ以上の混合物である、本発明1034または1035の方法。

[本発明1037]

前記接触が、250℃～400℃の温度で起こる、本発明1034～1036のいずれかの方法。

[本発明1038]

前記接触が、400～1500 p s i の圧力で起こる、本発明1034～1037のいずれかの方法。

[本発明1039]

前記アルカリ金属硫化物を含む粒子と液体炭化水素との前記混合物が、反応容器中で生成され、前記第1の混合物および硫黄処理された混合物が、別個の容器中で生成される、

本発明1034～1038のいずれかの方法。

[本発明1040]

前記アルカリ金属をその金属状態で電気化学的に生成することをさらに含む、本発明1034～1039のいずれかの方法。

[本発明1041]

前記液体炭化水素、燃料、およびアルカリ金属硫化物を含む粒子の混合物を提供するために、石油コークスの少なくとも一部を液体燃料に変換するように、液体炭化水素中の、硫黄化合物を含む石油コークスのスラリーまたは浮遊物を、高温および高圧で、金属状態の溶融アルカリ金属およびキャッピング剤と接触させることをさらに含む、本発明1001～1033のいずれかの方法。

[本発明1042]

前記石油コークスの前記スラリーまたは浮遊物が、前記石油コークスおよび液体炭化水素の総質量に基づいて、1重量%～20重量%の石油コークスを含む、本発明1041の方法。

[本発明1043]

前記石油コークスの前記スラリーまたは浮遊物が、前記石油コークスおよび液体炭化水素の総質量に基づいて、3重量%～15重量%の石油コークスを含む、本発明1041の方法。

[本発明1044]

前記液体炭化水素が、バージン原油、ビチューメン、精製中間体、または残留燃料油を含む、本発明1041～1043のいずれかの方法。

[本発明1045]

前記アルカリ金属が、リチウム、ナトリウム、またはそれらの合金である、本発明1041～1044のいずれかの方法。

[本発明1046]

前記アルカリ金属がナトリウムである、本発明1041～1045のいずれかの方法。

[本発明1047]

前記前記キャッピング剤が、水素、C1～C6の非環式炭化水素、硫化水素、アンモニア、およびそれらのうちの任意の2つ以上の混合物である、本発明1041～1046のいずれかの方法。

[本発明1048]

前記高圧が、400 p s i g～1500 p s i gである、本発明1041～1047のいずれかの方法。

[本発明1049]

前記高温が、250℃～400℃である、本発明1041～1048のいずれかの方法。

[本発明1050]

液体燃料および無機固体に変換される前記石油コークスの部分が、少なくとも20重量%である、本発明1041～1049のいずれかの方法。

[本発明1051]

前記液体燃料が、残留燃料油または精製供給原料である、本発明1041～1050のいずれかの方法。

以上は本開示の概要であり、したがって、必然的に簡略化、一般化、および詳細の省略を含む。結果として、当業者は、その概要が例示的なものにすぎず、決して限定的であることを意図するものではないことを理解するであろう。特許請求の範囲によって定義されるように、本明細書に記載されるプロセスの他の態様、特徴、および利点が本明細書に記載され、添付の図面と併せて解釈される詳細な説明において明らかになるであろう。