



⑫ A **Terinzagelegging** ⑪ **8401151**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het terugwinnen van alkalimetaalkatalysatorbestanddelen uit steenkoolomzettingsresten.**
- ⑤1 Int.Cl³: C10G 1/00, C10J 3/00, B01J 23/92.
- ⑦1 Aanvrager: Exxon Research and Engineering Company te Florham Park, New Jersey, Ver. St. v. Am.
- ⑦4 Gem.: Ir. H.M. Urbanus c.s.
Vereenigde Octrooibureaux
Nieuwe Parklaan 107
2587 BP 's-Gravenhage.

- ②1 Aanvraag Nr. 8401151.
- ②2 Ingediend 11 april 1984.
- ③2 Voorrang vanaf 11 april 1983.
- ③3 Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 484035 .
- ⑥2 - -

- ④3 Ter inzage gelegd 1 november 1984.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Werkwijze voor het terugwinnen van alkalimetaalkatalysatorbestanddelen uit steenkoolomzettingsresten.

Deze uitvinding heeft betrekking op het omzetten van steenkool of dergelijke koolstofhoudende vaste stoffen in aanwezigheid van een alkalimetaal bevattende katalysator en is in het bijzonder gericht op het terugwinnen van alkalimetaalbestanddelen uit verbruikte vaste
5 stoffen die gedurende de steenkoolvergassing en dergelijke behandelingen worden geproduceerd alsmede het hergebruik daarvan als bestanddelen van de alkalimetaal bevattende katalysator.

Kaliumcarbonaat, natriumcarbonaat, kaliumhydroxyde en andere alkalimetaalverbindingen zijn bruikbare katalysatoren voor het vergas-
10 sen van steenkool en dergelijke koolstofhoudende vaste stoffen. Voorgesteld is de toepassing van dergelijke verbindingen bij het vloeibaar maken van steenkool, carboniseren van steenkool, verbranden van steenkool en dergelijke methoden. Om de hogere reactiesnelheden die door de aanwezigheid van de alkalimetaalverbindingen mogelijk zijn te bereiken,
15 is er voorgesteld bitumineuze kool, subbitumineuze kool, bruinkool, petroleumkooks, organische afval en soortgelijke koolstofhoudende vaste stoffen te mengen of te impregneren met kalium-, cesium-, natrium- of lithiumverbindingen, afzonderlijk of in combinatie met andere metallische bestanddelen, alvorens voornoemde materialen met stoom, water-
20 stof, zuurstof of andere middelen bij verhoogde temperaturen in reactie worden gebracht om gasvormige en/of vloeibare produkten te produceren. Het onderzoek heeft aangetoond dat een groot aantal verschillende alkalimetaalsamenstellingen voor dit doel bruikbaar zijn, met inbegrip van zowel organische als anorganische zouten, oxyden, hydroxyden en der-
25 gelijke. Het bovenbeschreven onderzoek heeft aangetoond, dat cesiumverbindingen de meest effectieve vergassingskatalysatoren zijn gevolgd door kalium-, natrium- en lithiumverbindingen in de aangegeven volgorde. In verband met de betrekkelijk hoge prijs van cesiumverbindingen is het meeste experimentele werk in dit gebied gericht geweest op de toe-

passing van verbindingen van kalium en natrium. Aangetoond is dat kaliumverbindingen veel effectiever zijn dan de overeenkomstige natriumverbindingen. De aandacht heeft zich derhalve in het bijzonder gericht op de toepassing van kaliumcarbonaat en kaliumhydroxyde.

5 Steenkoolvergassingsmethoden en soortgelijke behandelingen die in aanwezigheid van alkalimetaalverbindingen bij hoge temperaturen worden uitgevoerd, leiden meestal tot de vorming van houtskool en alkalimetaalresten. Het houtskool omvat normaal niet omgezette koolstofhoudende bestanddelen van de steenkool of een ander toevoermateriaal alsmede
10 verschillende anorganische bestanddelen die gewoonlijk als as worden aangeduid. Het is in het algemeen aan te bevelen een deel van de houtskool gedurende de vergassing en soortgelijke behandelingen uit de reactiezone af te voeren teneinde het as te elimineren en te voorkomen, dat dit zich in de reactiezone of andere vaten in het systeem ophoopt. Bij
15 de boven aangegeven vergassings- en andere methoden waarbij alkalimetaal bevattende katalysatoren worden toegepast, is de prijs van de alkalimetaalbestanddelen een significante factor voor het bepalen van de totale kosten van de methode. Teneinde de katalysatorkosten op een redelijk niveau te houden is het noodzakelijk dat de alkalimetaalbestanddelen worden teruggewonnen en opnieuw gebruikt. Een algemene methode
20 om de alkalimetaalbestanddelen terug te winnen bestaat uit het met water wassen van de houtskooldeeltjes die uit de reactiezone zijn verwijderd teneinde de wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen uit te logen.

Door onderzoek is aangetoond dat alkalimetaalbestanddelen in het
25 algemeen in de houtskooldeeltjes ten dele als carbonaten en andere wateroplosbare verbindingen aanwezig zijn die men tenminste ten dele door wassen met water kan terugwinnen. Gevonden is, dat tussen ongeveer 70 en ongeveer 80% van de in de houtskooldeeltjes aanwezige alkalimetaalbestanddelen normaal volgens deze methode kan worden teruggewonnen. Onderzoek heeft tevens aangetoond dat alkalimetaalsilicaten een
30 hoofdbestanddeel zijn van de na het uitlogen van de houtskooldeeltjes verkregen oplossing. Deze wateroplosbare, alkalimetaalsilicaten zijn geen actieve katalysatoren en indien zij rechtstreeks worden teruggevoerd voor hergebruik in de vergassingsmethode zal een aanzienlijke
35 hoeveelheid extra katalysator nodig zijn om de activiteit te handhaven.

Indien verder de silicaten niet uit de waterige oplossing worden verwijderd, zullen zij gaan neerslaan en de onderdelen in het alkali-metaalterugwinningssysteem bevuilden. Er is voorgesteld de silicaten uit de oplossing te verwijderen door de oplossing met kooldioxyde te
5 behandelen waardoor de alkalimetaalsilicaten in alkalimetaalcarbonaten worden omgezet, die actieve vergassingskatalysatoren zijn, terwijl het eveneens gevormde water-onoplosbare silica uit de verkregen waterige oplossing kan worden afgescheiden alvorens de oplossing naar de werkwijze wordt teruggevoerd. Voor het uitvoeren van deze werkwijze zijn
10 echter kooldioxydestriptoren noodzakelijk die de totale kosten voor het gas dat in de koolvergassingswerkwijze wordt geproduceerd aanzienlijk doen toenemen. Het is aldus gewenst de silicaten te kunnen verwijderen zonder dat het nodig is de na het wassen van het houtskool-residu verkregen waterige oplossing te strippen.

15 De onderhavige uitvinding voorziet in een verbeterde werkwijze voor het terugwinnen van alkalimetaalbestanddelen uit mengsels van houtskool, as en de alkalimetaalresten die gedurende de steenkoolvergassing en dergelijke omzettingmethoden uitgevoerd in aanwezigheid van een alkalimetaal bevattende katalysator, bij voorkeur een kalium bevattende katalysator, worden geproduceerd. Volgens de uitvinding is nu ge-
20 vonden dat door de hete deeltjes, die alkalimetaalresten, geproduceerd in de reactiezone van een koolvergassings- of dergelijke hoge-temperaturomzettingsmethode bevatten, in aanraking te brengen met een mengsel van gasen dat zowel stoom als kooldioxyde bevat, in afwezigheid
25 van een vloeistof ter vorming van koelere deeltjes alvorens de deeltjes naar een alkalimetaalterugwinningszone worden gepasseerd, de totale hoeveelheid vereiste extra katalysator en de vatbaarheid voor vervuiling van de onderdelen in het alkalimetaalterugwinningssysteem door ongewenste neerslagen minimaal wordt gemaakt terwijl tegelijkertijd grote
30 hoeveelheden alkalimetaalbestanddelen worden teruggewonnen. De teruggewonnen alkalimetaalbestanddelen worden dan in de omzettingswerkwijze als tenminste een deel van de alkalimetaalbestanddelen, waaruit de alkalimetaal bevattende katalysator is opgebouwd, toegepast. Normaal worden de alkalimetaalbestanddelen in de alkalimetaalterugwinningszone
35 teruggewonnen door de gekoelde deeltjes die zijn behandeld met stoom.

en kooldioxyde in aanraking te brengen met water of een waterige alkalische oplossing om de wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen te verwijderen en een aan deze alkalimetaalbestanddelen verrijkte waterige oplossing te vormen. De alkalimetaalbestanddelen in deze oplossing
5 worden dan als tenminste een deel van de alkalimetaalbestanddelen waaruit de alkalimetaal bevattende katalysator is opgebouwd, toegepast. Bij voorkeur wordt een dergelijke toepassing tot stand gebracht door de alkalimetaaloplossing rechtstreeks naar de omzettingswerkwijze te recirculeren.

10 De uitvinding is ten dele gebaseerd op laboratoriumonderzoek waardoor is aangetoond, dat de oplossingen, verkregen door houtskooldeeltjes geproduceerd gedurende de wervelbedvergassing van kool, geïmpregneerd met een alkalimetaalcarbonaat uit te logen met water nadat de deeltjes zijn behandeld met een mengsel van stoom en kooldioxyde in
15 afwezigheid van een vloeistof tot een aanzienlijke daling van de hoeveelheid oplosbare silica-, zwavel- en boriumbestanddelen als aangetroffen in de oplossing, leidt, tegengesteld aan oplossingen die worden geproduceerd door houtskooldeeltjes die alleen zijn behandeld met kooldioxyde of alleen met stoom uit te logen. Aangenomen wordt, dat dit
20 onverwachte resultaat wordt veroorzaakt door het feit, dat de kooldioxyde- en stoombehandeling resulteert in de vorming van onoplosbare silicium- en boriumverbindingen gedurende de behandelingstrap waardoor wordt voorkomen, dat deze bestanddelen, nadat de behandelde deeltjes later met water of een waterige alkalische oplossing in aanraking worden gebracht, in de oplossing oplossen. Aangenomen wordt, dat zwavel
25 gedurende de kooldioxyde- en stoombehandelingstrap als waterstofsulfidegas wordt verwijderd.

Met de werkwijze volgens de uitvinding is het mogelijk alkalimetaalbestanddelen die in de alkalimetaalresten afgevoerd met de houtskool uit een omzettingswerkwijze terug te winnen zonder een aanzienlijke ophoping van katalytisch inactieve verbindingen en wateronoplosbare bestanddelen in het alkalimetaalterugwinningssysteem en zonder de noodzaak van dure behandelingstrappen verderop in het alkalimetaalterugwinningssysteem. Dit leidt op zijn beurt tot een aanzienlijke verlaging
35 van de hoeveelheid extra alkalimetaalverbindingen die vereist is als-

mede de bedrijfsproblemen veroorzaakt doordat onderdelen in het alkalimetaalterugwinningssysteem vuil worden. Aldus zijn met de uitvinding aanzienlijke besparingen bij de vergassing en andere omzettingsbehandelingen die worden uitgevoerd in aanwezigheid van alkalimetaal bevattende katalysator mogelijk en kan men produktgassen en/of vloeistoffen tegen significant lagere kosten dan anders het geval zou zijn, stabiliseren.

De tekening is in schematisch stroomdiagram van een katalytische steenkoolvergassingswerkwijze waarbij de alkalimetaalbestanddelen van de katalysator volgens de uitvinding worden teruggewonnen.

De in de tekening geschetste werkwijze is die voor de produktie van methaan door de vergassing van een bitumineuze kool, subbitumineuze kool, bruinkool of soortgelijke koolstofhoudende vaste stoffen met stoom bij hoge temperatuur en bij aanwezigheid van een koolstof-alkalimetaalkatalysator bereid door de vaste toevoerstoffen te impregneren met een oplossing van een alkalimetaalverbinding of een mengsel van dergelijke verbindingen, bij voorkeur kaliumcarbonaat, kaliumhydroxyde of een mengsel daarvan, waarna het geïmpregneerde materiaal tot een voldoende hoge temperatuur wordt verhit om een interactie tussen het aanwezige alkalimetaal en de koolstof teweeg te brengen. Het zal duidelijk zijn dat het beschreven alkalimetaalterugwinningssysteem niet beperkt is tot deze bepaalde vergassingswerkwijze en dat dit in samenhang met diverse andere omzettingswerkwijzen kan worden toegepast waarbij alkalimetaalverbindingen of koolstof-alkalimetaalkatalysatoren worden toegepast voor het bevorderen van de reactie van stoom, waterstof, zuurstof en dergelijke met koolstofhoudende toevoermaterialen onder vorming van een houtskool, kooks of soortgelijk vast produkt dat alkalimetaalresten bevat waaruit alkalimetaalverbindingen worden teruggewonnen voor hergebruik als katalysator of bestanddeel van de katalysator. Het kan b.v. bij het terugwinnen van alkalimetaalverbindingen uit verschillende methoden voor het vergassen van steenkool, petroleumkooks, bruinkool, organische afvalmaterialen en soortgelijke vaste toevoerstromen die verbruikte koolstofhoudende vaste stoffen produceren, worden toegepast. Andere omzettingsmethoden waarmee het kan worden toegepast, omvatten bewerkingen voor het carboniseren van steenkool en soortgelijke

8401151

5 toegevoerde vaste stoffen, voor het vloeibaar maken van steenkool en verwante koolstofhoudende materialen, voor het vergassen van olieschalie, voor het verbranden van koolstofhoudend toevoermateriaal en dergelijke. Dergelijke werkwijzen zijn in de literatuur beschreven en zullen aan de vakman duidelijk zijn.

10 In de in de tekening geschetste werkwijze wordt een vast koolstofhoudend toevoermateriaal, zoals bitumineuze kool, subbitumineuze kool, bruinkool en dergelijke, dat tot een deeltjesgrootte van ongeveer 2,4 mm (8 mesh U.S. Sieve Series) of kleiner is verbrijzeld gepasseerd in leiding 10 uit een installatie voor het gereedmaken van de toevoer of een opslagfaciliteit die niet in de tekening is weergegeven. De in leiding 10 geïntroduceerde vaste deeltjes worden naar een silo of een soortgelijk vat 11 gevoerd waaruit zij via leiding 12 naar de zone 14 voor het gereedmaken van de toevoer worden gepasseerd. Deze zone bevat een schroeftransporteur of een soortgelijke inrichting, niet in de tekening weergegeven, die wordt aangedreven door een motor 16, een reeks van sproeidoppen of soortgelijke inrichtingen 17 voor het versproeien van een alkalimetaal bevattende oplossing die via leiding 18 wordt toegevoerd op de vaste deeltjes wanneer deze met de transporteur door de voorbereidingszone worden bewogen alsmede een soortgelijke reeks van koppen en dergelijke 19 voor het invoeren van een heet droog gas, zoals rookgas of oververhitte stoom in de voorbereidingszone. Dit hete gas dat via leiding 20 wordt toegevoerd dient voor het verhitten van de geïmpregneerde vaste deeltjes en het afdrijven van het vocht. Een mengsel van waterdamp en gassen wordt uit de toevoervorbereidingszone via een leiding 21 afgevoerd en gepasseerd naar een niet weergegeven condensor waaruit water voor toepassing als aanvullend water en dergelijke kan worden teruggewonnen. De alkalimetaal bevattende oplossing wordt via leiding 59 uit de alkalimetaalterugwinningssectie van de werkwijze, die in detail hierna wordt beschreven, gerecirculeerd.

35 Het heeft de voorkeur dat voldoende alkalimetaal bevattende oplossing in de toevoervorbereidingszone 14 wordt ingevoerd om ongeveer 3 tot 50 gew.% van de alkalimetaalverbinding of een mengsel van dergelijke verbindingen, berekend op de steenkool of andere koolstofhoudende vaste stoffen, te leveren. Ongeveer 5 tot 20 gew.% is in het algemeen

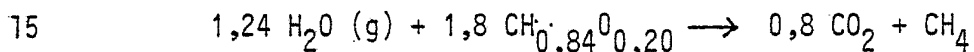
8401151

afdoende. De gedroogde geïmpregneerde vaste deeltjes, die in zone 14 zijn verkregen, worden via leiding 24 afgevoerd en geleid naar een gesloten silo of een soortgelijk vat 25. Van hieruit worden zij afgevoerd via een sterwieltoevoerinrichting of een equivalente inrichting 26 in leiding 27 bij een verhoogde druk die voldoende is om hen te laten meeslepen in een stroom van hogedrukstoom, recirculaatproduktgas, inert gas, of een ander dragergas dat in leiding 29 via leiding 28 wordt ingevoerd. Het dragergas en de meegesleepte vaste deeltjes worden dan via leiding 29 in de verdeelleiding 30 geleid en uit de verdeelleiding via toevoerleidingen 31 en niet in de tekening weergegeven koppen in de vergasser 32 gevoerd. Behalve of naast de silo en sterwieltoevoerinrichting 26 kan in het toevoersysteem gebruik worden gemaakt van evenwijdige silo's met sluizen, onder druk gebrachte silo's, beluchte standpijpen die in serie werken of andere inrichtingen om de toegevoerde stroom van vaste deeltjes op het vereiste drukniveau te brengen.

Vergasser 32 omvat een vuurvast bekleed vat met een wervelbad van koolstofhoudende vaste deeltjes, dat zich binnen het vat boven een inwendig rooster of een soortgelijke verdeelinrichting, die niet in de tekening is weergegeven, uitstrekt. Het bed wordt in de gefluïdiseerde toestand gehandhaafd door middel van stoom ingevoerd via leiding 33, verdeelleiding 34 en langs de omtrek naast elkaar geplaatste injectieleidingen en koppen 35 en door middel van recirculaatwaterstof en koolmonoxyde die via de bodeminlaatleiding 36 worden ingevoerd. Het in de tekening weergegeven bepaalde injectiesysteem is niet kritisch, en ook andere methoden voor het injecteren van stoom en recirculaatwaterstof en koolmonoxyde zijn bruikbaar. In sommige gevallen kan het de voorkeur verdienen zowel stoom en de recirculaatgassen via veelvoudige mondstukken in te voeren om een meer uniforme verdeling van het geïnjecteerde fluïdum te verkrijgen en de mogelijkheid van kanaalvorming en soortgelijke problemen te verminderen.

De geïnjecteerde stoom treedt in reactie met koolstof in het toevoermateriaal in het wervelbed in vergasser 32 bij een temperatuur in het traject van ongeveer 427 en 871°C, bij voorkeur tussen ongeveer 649 en 760°C, en bij een druk tussen ongeveer 689 kPa en ongeveer 13788 kPa, bij voorkeur tussen ongeveer 13788 kPa en ongeveer 414 kPa. Door de aanwezigheid van evenwichtsomstandigheden in het bed als gevolg

van de aanwezigheid van de koolstof-alkalimetaalkatalysator en de recirculaatwaterstof en koolmonoxyde die nabij het lagere uiteinde van het bed worden geïnjecteerd, zullen de nettoreactieprodukten normaal in wezen bestaan uit methaan en kooldioxyde. De verhouding van methaan tot kooldioxyde in het aldus gevormde ruwe produktgas ligt bij voorkeur in het gebied van ongeveer 1,0 tot 1,4 mol per mol, afhankelijk van de hoeveelheid waterstof en zuurstof in de toegevoerde steenkool of andere koolstofhoudende vaste stoffen. De toegepaste steenkool kan voor de doeleinden van het beschrijven van de reactie als een geoxygeneerde koolwaterstof worden beschouwd. Zo kan men bv. aan Wyoming-steenkool de benaderde formule $\text{CH}_{0,84}\text{O}_{0,20}$ toekennen, gebaseerd op de uiteindelijke analyse van vocht en asvrije steenkool onder verwaarlozing van stikstof en zwavel. De reactie van deze steenkool met stoom onder vorming van methaan en kooldioxyde is als volgt:



Onder dezelfde vergassingsomstandigheden zal een steenkool met een hoger zuurstofgehalte normaal lagere methaan tot kooldioxyde-verhoudingen produceren terwijl die met een lager zuurstofgehalte hogere methaan tot kooldioxyde-verhoudingen geven.

Het gas dat het wervelbed in vergasser 32 verlaat, passeert door een bovensectie van de vergasser, die dient als een bezinkingszone waarin de deeltjes die te zwaar zijn om door het gas dat het vat verlaat te worden meegesleept naar het bed worden teruggevoerd. Desgewenst kan de bezinkingszone een of meer cycloonseparatoren en dergelijke bevatten ter verwijdering van betrekkelijk grote deeltjes uit het gas. Het gas dat uit het bovenste deel van de vergasser via leiding 37 wordt afgevoerd, bevat normaal methaan, kooldioxyde, waterstof, koolmonoxyde, niet omgezette stoom, waterstofsulfide, ammoniak en andere verontreinigingen die uit het toevoermateriaal aanwezige zwavel en stikstof zijn gevormd, alsmede meegesleepte fijne deeltjes. Dit gas wordt in de cycloonseparator of een soortgelijke inrichting 38 ingevoerd ter verwijdering van de grovere fijne deeltjes. Het de top verlatende gas passeert dan door leiding 39 in een tweede separator 41 waar kleinere deeltjes worden verwijderd. Het gas waaruit de vaste deeltjes zijn afgescheiden wordt aan de top van de separator 41 afgevoerd via leiding 42

terwijl de fijne deeltjes benedenwaarts worden afgevoerd via dompel-
buizen 40 en 43. Een hoeveelheid van deze fijne deeltjes wordt normaal
naar de vergasser via leiding 45 teruggevoerd terwijl de rest via lei-
ding 15 in het wervelbedbehandelingsvat 46 wordt geleid.

5 Nadat de meegesleepte vaste deeltjes uit het ruwe gasprodukt
als boven beschreven, zijn verwijderd, wordt de gasstroom via geschik-
te warmteuitwisselaars geleid ter verwijdering van zure gassen. Wanneer
dit tot stand is gebracht kan het resterende gas, dat in hoofdzaak be-
staat uit methaan, waterstof en koolmonoxyde, cryogeen worden geschei-
10 den in een produktmethaanstroom en een recirculaatstroom van waterstof
en koolmonoxyde die via leiding 36 naar de vergasser wordt terugge-
voerd. Men kan een gebruikelijke gasverwerkingsinstallatie toepassen.
Aangezien een gedetailleerde beschrijving van dit deel van de werkwijze
waarbij het gas na de behandeling wordt behandeld, niet noodzakelijk
15 is voor het begrip van de uitvinding wordt deze weggelaten.

 Het wervelbed in vergasser 32 bestaat uit houtskooldeeltjes
die worden gevormd wanneer het vaste koolstofhoudende toevoermateriaal
wordt vergast. De samenstelling van de houtskooldeeltjes is afhanke-
lijk van de hoeveelheid in de naar de vergasser toegevoerde koolstof-
20 houdende vaste deeltjes mineraal materiaal, de hoeveelheid van de al-
kalimetaalverbinding of het mengsel van dergelijke verbindingen dat
in het toevoermateriaal is geïmpregneerd, alsmede de mate van vergas-
sing welke de houtskooldeeltjes in het wervelbed ondergaan. De lichte-
re houtskooldeeltjes, die een betrekkelijk hoog gehalte aan koolstof-
25 houdend materiaal zullen bezitten, hebben de neiging in het bovenste
deel van het wervelbed te blijven. De zwaardere houtskooldeeltjes,
die een betrekkelijk kleine hoeveelheid koolstofhoudend materiaal en
een betrekkelijk grote hoeveelheid as en alkalimetaalresten zullen be-
vatten, hebben de neiging naar de bodem van het wervelbed te zakken.
30 Een deel van de zwaardere houtskooldeeltjes wordt normaal uit het bo-
demdeel van het wervelbed afgevoerd teneinde as te verwijderen en
daardoor te voorkomen, dat dit zich binnen de vergasser en andere
vaten in het systeem ophoopt. Gedurende het in reactor 32 plaatsvinden-
de vergassingsproces worden alkalimetaalresten, die wateroplosbare al-
35 kalimetaalverbindingen, zoals carbonaat, sulfiden, thiosulfaten, sulfa-

ten, hydroxyden, silicaten, boraten, fluoriden en dergelijke bevatten en wateronoplosbare verbindingen zoals alkalimetaalaluminosilicaten, alkalimetaalijzersulfiden en soortgelijke verbindingen gevormd. Ter verbetering van de economie van de als boven beschreven katalytische vergassingsmethode alsmede andere katalytische vergassingsmethoden waarbij alkalimetaalresten worden gevormd, die met houtskool en as uit de vergasser of de reactiezone worden afgevoerd, is voorgesteld de houtskooldeeltjes met water of een waterige oplossing in een veeltrappig uitloogtegenstroomsysteem uit te logen ter winning van de wateroplosbare bestanddelen.

Er is echter gevonden, dat wanneer de uit de vergasser verwijderde hete deeltjes houtskool worden uitgelooft met water een betrekkelijk grote hoeveelheid oplosbare verbindingen die silicium, zwavel, borium en fluor bevatten, tezamen met de gewenste alkalimetaalcarbonaten en hydroxyden, die direct naar het omzettingsproces voor hergebruik als katalysatorbestanddelen kunnen worden gerecirculeerd, worden gevormd. De oplosbare verbindingen die silicium, zwavel, borium en fluor bevatten, blijken helaas inactieve katalysatoren te zijn en indien zij direct voor gebruik in de werkwijze worden gerecirculeerd zal een aanzienlijke hoeveelheid extra katalysator nodig zijn. Verder hebben deze oplosbare, katalytisch inactieve verbindingen, wanneer ze niet uit het systeem worden gespuid, de neiging neer te slaan en de apparatuur in de alkalimetaalwinningstrap te bevuilden. Er is nu gevonden, dat kan worden belet dat een aanzienlijke hoeveelheid van de silicium-, borium-, zwavel- en fluorverbindingen gedurende de alkalimetaalwinningstrap in de oplossing binnentreedt, door de hete houtskool die uit de vergasser wordt afgevoerd, te behandelen met een mengsel van stoom en kooldioxyde, nagenoeg in afwezigheid van een vloeistof, om koelere deeltjes te produceren die dan naar de alkalimetaalwinningstrap worden geleid.

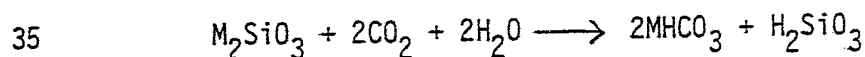
In de tekening ziet men dat hete houtskooldeeltjes, die koolstofhoudend materiaal, as en alkalimetaalresten bevatten, continu uit het geïnduseerde bed in vergasser 32 via de transportleiding 44 worden afgevoerd en geleid in het wervelbedbehandelingsvat of een soortgelijke inrichting 46. Hier worden de deeltjes gemengd met fijne

8401151

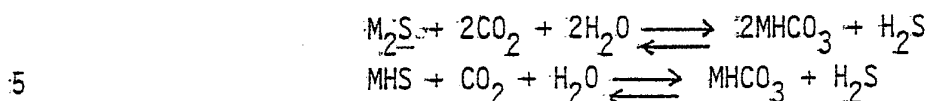
houtskool wat uit het ruwe produktgas is gewonnen via dompelbuizen 40 en 43 en leidingen 45 en 15, waarbij het verkregen mengsel van deeltjes met een mengsel van gassen die zowel stoom als kooldioxyde bevatten, wordt gefluïdiseerd. De stoom kan in het wervelbedbehandelingsvat worden ingevoerd via leiding 47 terwijl een kooldioxyde bevattend gas via leiding 48 wordt ingevoerd. Naar keuze kan de stoom leverende verbinding water zijn dat in het behandelingsvat wordt ingevoerd en onmiddellijk verdampt. Het kooldioxyde bevattende gas kan zuiver kooldioxyde of een mengsel van gassen, die kooldioxyde bevatten, zijn. Het kooldioxyde bevattende gas wordt bij voorkeur bereid door het ruwe vergaserproduktgas, dat uit de separator 41 via leiding 42 uittreedt, te behandelen ter verwijdering van warmte, ammoniak en waterstofsulfide. Het verkregen gas dat normaal methaan, koolmonoxyde, waterstof en kooldioxyde zal bevatten, wordt dan in het koelvat via leiding 48 gevoerd.

De houtskool en fijne deeltjes in het wervelbedbehandelingsvat 46 worden normaal in afwezigheid van een vloeistof in aanraking gebracht met de opwaarts stromende gassen gedurende een periode tussen ongeveer 5 minuten en 240 minuten, bij voorkeur tussen ongeveer 30 minuten en 180 minuten. De temperatuur in het behandelingsvat 46 wordt normaal gehandhaafd tussen ongeveer 105°C en 705°C, bij voorkeur tussen ongeveer 260°C en 343°C. De druk in het vat varieert tussen ongeveer 103 kPa en 13790 kPa, bij voorkeur tussen ongeveer 2760 en 4140 kPa. In het algemeen worden de omstandigheden in het behandelingsvat zodanig ingesteld, dat er gedurende het contact dat in het vat plaatsvindt, geen vloeistoffen aanwezig zijn.

Gedurende de behandelingstrap wordt aangenomen, dat de in het houtskool aanwezige alkalimetaalhydroxyden worden omgezet in alkalimetaalcarbonaten en -bicarbonaten terwijl de wateroplosbare verbindingen die silicium bevatten, in water-onoplosbare verbindingen worden omgezet. B.v. wordt aangenomen dat de alkalimetaalsilicaten in reactie treden met kooldioxyde en water en alkalimetaalbicarbonaten en gehydrateerd silica vormen. Aangenomen wordt, dat de reactie als volgt is, waarin M een alkalimetaal voorstelt:



Aangenomen wordt, dat de zwavelverbindingstypen in de alkalimetaalresten worden omgezet in gasvormige zwavelverbindingen gedurende de behandelingstrap in vat 46 overeenkomstig de volgende vergelijkingen:



Eventuele in het behandelingsvat gevormde gasvormige zwavelverbindingen worden met de andere gassen via de top van het vat door leiding 49 verwijderd en normaal gecombineerd met het ruwe produktgas uit vergasser 32 en onderworpen aan dezelfde behandelingstrappen stroomafwaarts. Ook wateroplosbare verbindingen, die borium en fluor bevatten, worden gedurende de behandelingstrap in vat 46 in wateronoplosbare verbindingen omgezet.

De in vat 46 gevormde gekoelde deeltjes worden via leiding 50 afgevoerd en via een drukafslaatklep, die niet in de tekening is weergegeven, in de suspensietank 51 gevoerd. Hier worden de deeltjes gesuspenderd met een waterige oplossing die wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen bevat die in de suspensietank via leiding 52 is ingevoerd. De in de tank ingevoerde waterige oplossing wordt verkregen door de vaste deeltjes in de tank 51 in een multitrapstegenstroomextractiesysteem als hierna in detail zal worden beschreven, te wassen. Gedurende het suspensieproces dat in tank 51 plaats vindt, zal een deel van de wateroplosbare bestanddelen, die in de alkalimetaalresten die met de houtskool in de tank zijn gepasseerd aanwezig zijn, in het water oplossen waardoor de oplossing verder aan alkalimetaalbestanddelen worden verrijkt. Indien de houtskool voor zijn invoering in tank 51 niet in aanraking is geweest met moleculaire zuurstof of een gas, zoals lucht dat moleculaire zuurstof bevat, zullen de alkalimetaalbestanddelen die in het waterige medium worden opgelost, in hoofdzaak in de vorm van alkalimetaalcarbonaat en -bicarbonaten aanwezig zijn. Het waterige medium zal tevens een kleine hoeveelheid alkalimetaalsilicaten, alkalimetaalchloriden, alkalimetaalfluoriden en alkalimetaalboraten bevatten. Deze andere alkalimetaaltypen verbindingen zullen in veel kleinere hoeveelheden aanwezig zijn dan het geval zou zijn indien de in het wervelbedvat 46 plaatsvindende behandeling niet was uitgevoerd. De aanwezigheid van zowel stoom als kooldioxyde in het vat leidt tot omzetting van de alkali-

metaalhydroxyden in alkalimetaalcarbonaten, leidt tot een aanzienlijke omzetting van de aanwezige silicaten, fluoriden en boraten in water-onoplosbare bestanddelen terwijl een grote hoeveelheid van het zwavelbestanddeel in de vorm van gassen wordt geëlimineerd. Aangezien de
5 in tank 51 geproduceerde waterige oplossing slechts kleine hoeveelheden verbindingen met silica, fluor, borium en zwavel bevat, kan de oplossing normaal direct naar de alkalimetaalimpregneringstrap zonder verdere behandeling worden gerecirculeerd om deze katalytisch inactieve bestanddelen te verwijderen. Een directe recirculatie is echter niet
10 wenselijk indien in de oplossing chloor aanwezig is. Normaal worden grote hoeveelheden chloor uit de recirculaatoplossing verwijderd om de ophoping van chloor in de vergasser te voorkomen.

De in tank 51 gevormde suspensie wordt via leiding 53 afgevoerd en door middel van pomp 54 door leiding 55 naar filters, hydrocyclo-
15 nen, centrifuges, bezinkers of soortgelijke vaste stoffen-vloeistof-scheidingsinrichtingen 56 gevoerd, waar een groot deel van de deeltjes uit de vloeistof wordt verwijderd. De van de vaste deeltjes verwijderde vloeistof wordt uit scheidingsinrichting 56 via leiding 58 verwijderd en tezamen met aanvullende alkalimetaalbestanddelen die in leiding 58 via leiding 60, via leiding 59, 18 en 17 zijn ingevoerd, naar
20 de toevoervorbereidingszone 14. Hier wordt het steenkoolmateriaal of een soortgelijk koolstofhoudend toevoermateriaal geïmpregneerd met de alkalimetaalbestanddelen in de waterige oplossing. Indien de concentratie van de alkalimetaalbestanddelen in de recirculaatstroom ongewenst
25 laag is, kan de oplossing worden geconcentreerd door overmaat water te verwijderen alvorens deze naar de toevoervorbereidingszone wordt teruggedevoerd. In plaats van het recirculeren van de oplossing in leiding 58 naar de toevoervorbereidingszone, kunnen de alkalimetaalbestanddelen uit de oplossing worden afgescheiden door verdamping en
30 kristallisatie, precipitatie of andere methoden en aan het toevoermateriaal in vaste vorm worden toegevoegd.

De uit de vloeistof in de scheidingsinrichting 56 verwijderde deeltjes worden via leiding 57 afgevoerd. Deze deeltjes zullen water-oplosbare alkalimetaalbestanddelen bevatten die gedurende het suspenderen in tank 51 niet in oplossing zijn gegaan en meegesleepte vloeistof
35

stof bevattende wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen. Afhankelijk van het type van de in de vergasser 32 ingevoerde steenkool en soortgelijke koolstofhoudende vaste deeltjes alsmede andere factoren kunnen de deeltjes tevens wateronoplosbare alkalimetaalresten bevatten.

5 De wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen die in de deeltjes achterblijven, worden teruggewonnen door de deeltjes via een multitrapswater-extractietegenstroomeenheid te passeren die een veelvoud van tanks of vaten, classificieerinrichtingen, contactinrichtingen met schroeftransport, verdikkingsinrichtingen, continue centrifuges en dergelijke omvatten. Het aantal in het extractiesysteem in feite toegepaste trappen zal in grote mate afhangen van de samenstelling van de aan het systeem toegevoerde vaste deeltjes en de bepaalde toegepaste contactomstandigheden. Elke trap in het in de tekening aangegeven bepaalde systeem omvat een gesloten vat of tank die een roerder, middelen voor het in
15 tegenstroom doen circuleren van vloeistoffen en vaste stoffen van de ene tank naar de andere, alsmede een filter, centrifuge, hydrocycloon of een soortgelijke vaste stof-vloeistofscheidingsinrichting bevat. Hoewel de tekening weergeeft dat elke trap bestaat uit een tank en een afzonderlijke vaste stof-vloeistofscheidingsinrichting, is het duidelijk dat deze twee functies gecombineerd kunnen worden in één richting
20 die dan zelf als een trap zal fungeren. Een voorbeeld van een dergelijke inrichting is een zwaartekrachtbezinkvat waarin het in aanraking brengen van de deeltjes met vloeistof en hun daaropvolgende scheiding van de vloeistof gelijktijdig plaatsvindt.

25 De vaste deeltjes verwijderd uit de aan de scheidingsinrichting 56 toegevoerde suspensie, worden door leiding 57 naar de eindtrap 61 van de meertrappige vaste stof-vloeistofscheidingstrein gevoerd. Deze trap omvat een mengtank 62 die een roerder 63 bevat. In de mengtank worden vaste deeltjes gesuspendeerd in een waterige oplossing die een
30 hoge concentratie van alkalimetaalbestanddelen bevat die via leiding 16 in de tank zijn geïntroduceerd waarbij de verkregen suspensie door de roerder wordt gemengd. De temperatuur in de tank wordt normaal gehandhaafd tussen ongeveer 21°C en ongeveer 179°C, bij voorkeur nabij het kookpunt van het waterige medium. De in de vaste deeltjes aanwezige
35 wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen worden ten dele door de vloeistof

8401151

stof die in contact is met de deeltjes, geëxtraheerd.

De in trap 61 gevormde suspensie wordt uit de bodem van tank 62 via leiding 64 afgevoerd en door middel van pomp 65 gecirculeerd naar de vaste stof-vloeistofscheidingsinrichting 67, waar de vaste deeltjes
5 uit de vloeistof worden verwijderd. Deze vaste deeltjes, waaruit een deel van de wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen zijn geëxtraheerd, worden via leiding 68 in trap 69 van de inrichting afgevoerd. De van de vaste deeltjes in scheidingsinrichting 67 afgescheiden vloeistof, die rijker is aan alkalimetaalbestanddelen dan de vloeistof in trap
10 69, wordt uit de scheidingsinrichting via leiding 70 en de recirculaat-doorvoerleiding 52 naar suspensietank 51 afgevoerd. Hier wordt de waterige oplossing gemengd met de houtskooldeeltjes die uit het wervelbedstromingsvat 47 uittreden en begint deze alkalimetaalbestanddelen uit deze deeltjes als eerder beschreven uit te logen.

15 Trap 69 en de andere tussentrappen van de alkalimetaalterugwinningstrein zijn in het algemeen gelijk aan trap 61. In elk van deze trappen worden vaste deeltjes, die uit een relatief geconcentreerde vloeistofstroom in de vaste stof-vloeistofscheider die met die trap is verbonden, in een minder geconcentreerde oplossing afgevoerd, waar-
20 bij de geconcentreerde oplossing uit de scheider stroomafwaarts wordt geleid voor contact met vaste deeltjes met een hoger gehalte aan wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen. Suspensie uit deze trap wordt naar de vaste stof-vloeistofscheider in de naburige stroomopwaartse trap gepompt ter scheiding in vloeibare en vaste componenten. In de begin-
25 trap 71 van de trein, stroomt binnenkomende suspensie uit de tweede trap door leiding 72 naar de vaste stof-vloeistofscheider 73 vanwaar de vaste stoffen door leiding 74 worden afgevoerd in nagenoeg geheel zuiver water dat in de trap via leiding 76 wordt toegevoerd.

De in de begintrap 71 door het mengen van nagenoeg zuiver water met vaste deeltjes waaruit het merendeel van de wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen zijn geëxtraheerd, resulteert in een zeer yerdunde alkalimetaaloplossing. De suspensie wordt via leiding 75 door middel van pomp 77 afgevoerd en door leiding 78 naar de vaste stof-vloeistofscheidingsinrichting 80 geleid. De uit de scheidingsinrichting volgens
35 leiding 81 afgevoerde vaste stoffen zullen normaal onder andere stof-

8401151

fen kleine hoeveelheden van het koolstofhoudende materiaal, alumina, silica, borium, andere asbestanddelen en een kleine hoeveelheid water-onoplosbare alkalimetaalbestanddelen bevatten. De vaste deeltjes kunnen verder worden behandeld in zodanige mate dat de water-onoplosbare alkalimetaalbestanddelen worden teruggewonnen of zij kunnen worden opgeruimd als landophoopmiddelen, toegepast voor constructiedoeleinden, of voor andere doeleinden. De zeer verdunde alkalimetaaloplossing, die uit scheidingsinrichting 80 wordt teruggewonnen, wordt via leiding 79 in de tweede trap van de terugwinningstrein gevoerd.

10 In de uitvoeringsvorm van de uitvinding als weergegeven in de tekening, en als hierboven beschreven, worden houtskooldeeltjes die alkalimetaalresten bevatten, voor het terugwinnen van de wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen behandeld door de deeltjes te onderwerpen aan een waterwassing in een meertrappig tegenstroomwaterextractiesysteem.

15 Het is echter duidelijk dat de werkwijze volgens de uitvinding niet tot dit bepaalde alkalimetaalterugwinningssysteem is beperkt en tezamen met elk type alkalimetaalterugwinningssysteem kan worden toegepast waarbij deeltjes, die alkalimetaalresten bevatten, ter terugwinning van de alkalimetaalbestanddelen worden behandeld. Derhalve voor

20 de waterextractiesystemen, die anders zijn ontworpen dan het in de tekening gestelde systeem, kan de werkwijze van de uitvinding tevens worden toegepast in samenhang met alkalimetaalterugwinningssystemen waarbij deeltjes, die alkalimetaalresten bevatten, worden behandeld met de waterige oplossing die een stof bevat waardoor de omzetting van water-onoplosbare alkalimetaalbestanddelen in de resten in wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen wordt vergemakkelijkt, waardoor de hoeveelheid voor hertoepassing in het omzettingsproces teruggewonnen alkalimetaalbestanddelen wordt vermeerderd. Voorbeelden van dergelijke terugwinningssystemen omvatten, maar zijn niet beperkt tot systemen waarbij

30 deeltjes, die alkalimetaalresten bevatten worden behandeld met een waterige oplossing van een anorganisch zuur bij betrekkelijk lage temperaturen alsmede systemen waarbij dergelijke deeltjes worden behandeld met calciumhydroxyde in aanwezigheid van water bij een temperatuur tussen ongeveer 121°C en 370°C.

35 De aard en de doeleinden van de uitvinding worden verder geïllustreerd door de resultaten van laboratoriumproeven waarmee wordt

8401151

geïllustreerd, dat wanneer houtskool dat alkalimetaalresten bevat met een gasvormig mengsel van stoom en kooldioxyde voorafgaande aan de waterwassing wordt behandeld, de verkregen waterwasoplossing een zeer lage concentratie van silicium-, zwavel- en boriumbestanddelen zal bevatten vergeleken met de wasoplossing, verkregen door het met water wassen van houtskooldeeltjes die alkalimetaalresten bevatten, die zijn behandeld met alleen kooldioxyde of alleen stoom.

Illiois No.6 steenkool met een afmetingstraject tussen 0,15 en 0,60 mm werd geïmpregneerd met kaliumcarbonaat uit een oplossing tot een kaliumgehalte van ongeveer 8,5 g per 100 g ruwe kool was verkregen. De geïmpregneerde kool werd daarna onder toepassing van een roterende verdamper met infraroodverhitting gedroogd en bij aanwezigheid van stikstof gedurende 45 minuten bij 650°C van vluchtige stoffen bevrijd. De van vluchtige stoffen bevrijde houtskool werd daarna met stoom vergast in een laboratoriumschaalvergasser met vast bed bij een temperatuur van 705°C en een druk van 3450 kPa. De gebruikte stoomhoeveelheid was 18 g per uur.

In de eerste reeks proeven werd een deel van de door vergassing verkregen resthoutskool tot kamertemperatuur gekoeld in aanwezigheid van helium en gedurende 1 uur met kokend water onder reflux behandeld. Monsters van de van vluchtige stoffen bevrijde en vergaste houtskoolsoorten alsmede het waterextract werden op een totale hoeveelheid kalium, zwavel, silicium en borium geanalyseerd.

In de tweede serie proeven werd uit de vergassing geproduceerde houtskool gekoeld tot 315°C in aanwezigheid van dezelfde gasvormige omgeving als in de vergasser. Na koeling werd het houtskool behandeld met kooldioxydegas bij een stroomsnelheid van 30 dm³ per uur gedurende ongeveer 3 uren. De houtskool werd daarna verder tot kamertemperatuur gekoeld en geëxtraheerd met water zoals uitgevoerd in de eerste reeks van de proeven. Opnieuw werden het van vluchtige stoffen bevrijde houtskool, de vergaste houtskool en het waterextract geanalyseerd op totale hoeveelheid kalium, zwavel, silicium en borium.

In de derde reeks proeven werden de procedures in de tweede reeks proeven gevolgd met uitzondering dat het houtskool uit de vergasser met stoom in plaats van met kooldioxyde werd behandeld.

8401151

De stroomsnelheid van de stoom gedurende de behandelingstrap was 18 g per uur.

In de vierde en laatste serie proeven werd het houtskool uit de vergasser in aanraking gebracht met een mengsel van stoom en kooldioxyde nadat dit was gekoeld tot 315°C in dezelfde omgeving als aanwezig was in de vergasser. Het gasvormige behandelingsmengsel bestond uit stoom met een stroomsnelheid van 18 g per uur en kooldioxyde met een stroomsnelheid van 13 liter per uur. De behandeling werd gedurende ongeveer 3 uren uitgevoerd waarna het houtskool verder tot kamertemperatuur werd gekoeld en daarna geëxtraheerd met water. Zoals in de eerste drie series proeven werden de waterextractmonsters geanalyseerd op kalium, zwavel, silicium en borium. De resultaten van deze vier series proeven worden aangegeven in tabel A.

Tabel A

Effect van CO₂ en/of stoombehandeling op vergasser-houtskool.

Element	Gemiddelde hoeveelheid in ontw. houtskool (g)	Bij enkele waterwassing teruggewonnen hoeveelheid (%)			
		He	CO ₂	Stoom	Stoom en CO ₂
K	2,1820	82	77	76	88
S	0,9623	7	2	7	0,5
Si	0,6314	13	8	9	3,0
B	0,0073	91	66	100	30

* Gewichtspercentage van de gemiddelde hoeveelheid die in de van vluchtige stoffen bevrijde, gekatalyseerde houtskool aanwezig is.

Uit tabel A blijkt, dat de stoombehandeling van het vergaste houtskool weinig of geen verhoging van de hoeveelheid kalium-, zwavel-, silicium- en boriumbestanddelen zoals aangetroffen in de waterwasoplossing geeft, vergeleken met het basisgeval wanneer het houtskool wordt behandeld of in aanraking gebracht met helium. Een behandeling met alleen kooldioxyde leidt tot een kleine verlaging van de hoeveelheid zwavel-, silicium- en boriumbestanddelen aangetroffen in de waterwasoplossing. Wanneer een mengsel van stoom en kooldioxyde in de behandelingstrap wordt toegepast is echter de verlaging van de zwavel-, silici-

um- en boriumbestanddelen in de waterwasoplossing onverwacht hoog.
De gegevens in tabel A geven een duidelijke aanwijzing dat de behande-
ling, waarbij een mengsel van stoom en kooldioxyde wordt toegepast,
op significante wijze de hoeveelheid wateroplosbare zwavel-, silicium-
5 en boriumbestanddelen die in het waswater worden aangetroffen, doet
verlagen.

Het zal uit het voorafgaande duidelijk zijn, dat de uitvinding
voorziet in een werkwijze waardoor het mogelijk is katalytisch actieve
alkalimetaalbestanddelen uit alkalimetaalresten, die worden geprodu-
10 ceerd gedurende katalytische steenkoolvergassing en soortgelijke hoge-
temperatuuromzettingsmethoden terug te winnen zonder dat het noodzake-
lijk is grote hoeveelheden aanvullende katalysator te gebruiken en zon-
der dat de apparatuur in het alkalimetaalterugwinningssysteem wordt
vervuild. Als gevolg daarvan zijn de totale kosten van de omzettings-
15 werkwijze aanzienlijk lager.

C o n c l u s i e s :

=====

1. Werkwijze voor het omzetten van een vast koolstofhoudend toevoermateriaal in aanwezigheid van een alkalimetaal bevattende katalysator in vloeistoffen en/of gassen, waarbij genoemde omzetting plaats vindt in de reactiezone en deeltjes die alkalimetaalresten bevatten
5 worden gevormd, welke deeltjes naar een alkalimetaalterugwinningszone worden getransporteerd waar zij voor het terugwinnen van de alkalimetaalbestanddelen worden behandeld, welke teruggewonnen alkalimetaalbestanddelen in genoemde omzettingswerkwijze als tenminste een deel van de alkalimetaalbestanddelen waaruit genoemde alkalimetaal bevattende
10 de katalysator bestaat worden toegepast, met het kenmerk, dat de deeltjes die uit de reactiezone treden in aanraking worden gebracht met een mengsel van gassen dat zowel stoom als kooldioxyde bevat, nagenoeg in afwezigheid van een vloeistof, voordat genoemde deeltjes naar genoemde alkalimetaalterugwinningszone worden overgebracht.
- 15 2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat genoemde omzettingswerkwijze een vergassing omvat.
3. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat genoemde koolstofhoudende vaste deeltjes steenkool omvatten.
4. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat genoemde
20 alkalimetaal bevattende katalysator een kalium bevattende katalysator omvat.
5. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de deeltjes die de genoemde alkalimetaalresten bevatten in genoemde terugwinningszone met water worden behandeld onder vorming van een wateroplosbare
25 alkalimetaalbestanddelen bevattende waterige oplossing, welke waterige oplossing naar genoemde omzettingswerkwijze wordt teruggevoerd waar genoemde alkalimetaalbestanddelen als tenminste een deel van genoemde alkalimetaalbestanddelen waaruit genoemde alkalimetaal bevattende katalysator bestaat, worden toegepast.
- 30 6. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de deeltjes die genoemde alkalimetaalresten bevatten, in genoemde terugwinningszone worden behandeld met een waterige oplossing van een anorganisch zuur

8401151

onder vorming van een waterige oplossing die wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen bevat, welke waterige oplossing naar genoemde omzettingswerkwijze wordt teruggevoerd waarin genoemde alkalimetaalbestanddelen als tenminste een deel van genoemde alkalimetaalbestanddelen
5 waaruit genoemde alkalimetaal bevattende katalysator bestaat, worden toegepast.

7. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat genoemde deeltjes die genoemde alkalimetaalresten bevatten, in genoemde terugwinningszone in aanwezigheid van vloeibaar water worden behandeld met
10 calciumhydroxyde bij een temperatuur tussen ongeveer 120 en 370°C onder vorming van een waterige oplossing die wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen bevat, welke waterige oplossing naar genoemde omzettingswerkwijze wordt teruggevoerd waarin genoemde alkalimetaalbestanddelen als tenminste een deel van genoemde alkalimetaalbestanddelen waaruit
15 genoemde alkalimetaal bevattende katalysator is samengesteld, worden toegepast.

8. Werkwijze volgens conclusie 5, met het kenmerk, dat genoemde terugwinningszone een meertrappig watertegenstroomextractiesysteem omvat.

20 9. Werkwijze voor het vergassen van steenkool in aanwezigheid van een alkalimetaal bevattende katalysator waarbij hete deeltjes die alkalimetaalresten bevatten worden geproduceerd, met het kenmerk, dat:

(a) genoemde hete deeltjes die genoemde alkalimetaalresten bevatten nagenoeg in afwezigheid van een vloeistof in aanraking worden
25 gebracht met een mengsel van gassen dat zowel stoom als kooldioxyde bevat onder vorming van koelere deeltjes;

(b) genoemde in trap (a) geproduceerde koelere deeltjes in aanraking worden gebracht met water of een waterige alkalische oplossing ter verwijdering van wateroplosbare alkalimetaalbestanddelen uit
30 genoemde deeltjes waarbij een waterige oplossing wordt gevormd die verrijkt is aan genoemde alkalimetaalbestanddelen; en

(c) genoemde alkalimetaalbestanddelen uit genoemde waterige oplossing als tenminste een deel van de alkalimetaalbestanddelen waaruit
35 genoemde alkalimetaal bevattende katalysator is samengesteld, worden toegepast.

8401151

10. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat genoemde hete deeltjes in aanraking worden gebracht met genoemd mengsel van gas-
sen dat kooldioxyde en stoom bevat gedurende een periode tussen onge-
veer 5 minuten en 240 minuten.
- 5 11. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat genoemde hete deeltjes in aanraking worden gebracht met genoemd mengsel van
gassen dat kooldioxyde en stoom bevat bij een temperatuur tussen onge-
veer 105°C en 705°C.
- 10 12. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat genoemd
mengsel van gassen dat zowel stoom als kooldioxyde bevat, een deel
van het produktgas omvat dat in genoemde vergassingswerkwijze is ge-
vormd.
- 15 13. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat genoemde koelere deeltjes in een meertrappig tegenstroomextractiesysteem in
aanraking wordt gebracht met water of een waterige oplossing.
14. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat genoemde hete deeltjes houtskooldeeltjes die koolstofhoudend materiaal, as en
alkalimetaalresten bevatten, omvat.

8401151

8401151

