

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE.

MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

3766

Gr. 14. — Cl. 4.

N° 819.660

Procédé de fabrication d'huile de chauffage et de combustible pour moteurs à combustion interne.

MM. Friedrich UHDE et Theodor Wilhelm PFIRRMANN résidant en Allemagne.

Demandé le 23 mars 1937, à 16^h 56^m, à Paris.

Délivré le 12 juillet 1937. — Publié le 23 octobre 1937.

(Demande de brevet déposée en Allemagne le 30 mai 1936. — Déclaration des déposants.)

On a déjà proposé de fabriquer des huiles hydrogénées pauvres en hydrogène par l'hydrogénation d'extraits de charbon ou de bitume primaire. Ces huiles hydrogénées pauvres en hydrogène, présentent un mauvais pouvoir d'inflammation dans les moteurs Diesel. On améliore l'inflammation du mélange dans un moteur Diesel en faisant dissoudre des extraits de charbon ou de bitume primaire dans les huiles hydrogénées, pauvres en hydrogène. D'autre part, on réduit le coût du mélange d'huile en étendant l'huile hydrogénée avec le bitume primaire ou l'extrait de charbon de prix peu élevé qui sont dissouts dans l'huile en question. Sous l'expression « bitume primaire », on entend désigner un produit d'hydrogénation analogue au bitume, pratiquement exempt de cendre, fusible et soluble dans des aromates ou des naphthènes, produit obtenu par le traitement de charbon avec une quantité insuffisante d'hydrogène, sous pression, à des températures voisines de 400° C (380 à 420°) et en présence des solvants spécifiés ci-dessus. Sous l'expression « extrait de charbon », on entend désigner un produit d'extraction obtenu à partir de charbon bitumineux au moyen d'un solvant et sans action de l'hydrogène. Il est par conséquent possible, conformément-

ment aux propositions connues, de fabriquer de l'huile de chauffage ou de l'huile combustible pour moteurs par la dissolution de bitumes primaires ou d'extraits de charbon dans des huiles hydrogénées, pauvres en hydrogène. Afin qu'un combustible moteur ou une huile de chauffage de ce genre, combustible ou huile qui est liquide et qui est constitué par deux composants, ne donne pas lieu à des difficultés dans les pompes et dans les soupapes par suite de la séparation de corps solides, la solubilité de l'huile hydrogénée, pauvre en hydrogène, pour le bitume primaire doit être aussi parfaite que possible, afin d'éviter toute séparation de corps solides lors de variations de température. Pour la fabrication d'une telle solution d'extrait de charbon ou de bitume primaire dans des huiles hydrogénées ou dans d'autres solvants appropriés, tels que par exemple, des fractions d'huile de goudron, on dissout avantageusement le bitume primaire fondu dans l'huile hydrogénée chaude. On peut également mettre en suspension, dans le solvant, le bitume primaire divisé, puis accélérer, par chauffage, l'opération de dissolution.

Au cours de l'utilisation d'une telle huile de chauffage ou d'une telle huile pour moteur Diesel, on a constaté que, lors d'une

Prix du fascicule : 6 francs.

baisse de température, c'est-à-dire notamment en hiver et par un froid élevé, il se forme, en service, sur les bateaux, et après emmagasinage prolongé, des séparations qui donnent lieu à des dérangements dans le fonctionnement des appareils de chauffage et dans celui des moteurs Diesel. Ces séparations se manifestent plus particulièrement lorsque la courbe de solubilité des extraits de charbon ou de bitume primaire dans l'huile dissolvante, dépend de la température. Lors de la fabrication d'huile dissolvante par hydrogénation d'extraits de charbon, de bitume primaire, etc., la matière première exerce déjà une certaine influence sur l'huile utilisée dissolvante à obtenir. L'hydrogénation elle-même ne peut pas toujours être conduite de telle manière que tous les produits présentent la même solubilité élevée pour les extraits de charbon ou les bitumes primaires devant être utilisés. Après mélange, on constate facilement que la solution formée de matériaux solides et d'huile ne reste pas stable aux températures basses et que les manifestations de vieillissement sont liées à des séparations.

La présente invention permet d'obvier aux inconvénients spécifiés ci-dessus. On a constaté que les corps des extraits de charbon ou de bitume primaire, corps ayant tendance à se séparer, peuvent être précipités par un certain nombre de fractions d'huile, ce qui fait que lors de la fabrication de solution, on peut déjà précipiter, par une addition de fractions d'huile appropriée, les parties de corps solides ayant tendance à se séparer. Grâce à cette addition de fractions d'huile (provoquant la précipitation) à la solution de corps solides et d'huile à obtenir, on supprime le risque d'une séparation ultérieure des corps solides à poids moléculaire élevé, séparation pouvant provenir à la suite de variations de température ou de vieillissement. Les corps précipitants sont, par exemple, l'essence, le benzol et des huiles légères obtenues elles-mêmes lors de l'hydrogénation d'extraits de charbon ou de bitume primaire; des fractions d'huile riches en hydrogène et obtenues à partir de paraffine, telles que celles résultant de la synthèse d'huile de Fischer-Tropsch, sont d'excellents précipitants.

Etant donné que l'on désire, dans la plupart des cas, récupérer les agents précipitants de la précipitation et stabiliser ainsi définitivement le mélange d'huile obtenu, on ajoute avantageusement des huiles (ayant une action de précipitation) dont le point d'ébullition est plus bas que celui de l'huile dissolvante utilisée. L'addition des huiles récupérables et provoquant la précipitation à la solution de bitume primaire, détermine une séparation de tous les corps à point moléculaire élevé qui se trouvent à la limite de leur solubilité. Les corps ainsi précipités peuvent être facilement éliminés de la solution, soit par filtration, soit par centrifugation après flocculation. On peut utiliser les corps ainsi séparés dans des buts différents; on peut, par exemple, continuer leur hydrogénation propre ou bien on peut les ajouter de nouveau au cours du procédé d'hydrogénation pour l'obtention d'huile dissolvante à partir d'extrait de charbon. Après séparation des produits précipités de la solution, on sépare, par distillation, l'agent précipitant et l'on obtient une solution d'extrait de charbon ou de bitume primaire dans de l'huile, solution qui résiste aux différentes températures et qui ne présente plus de manifestation de vieillissement.

La solubilité du bitume primaire ou des extraits de charbon et la solubilité des corps ayant tendance à se séparer dépendent le plus généralement de la température. Par conséquent, lorsqu'on veut obtenir une solution qui ne donne pas lieu à des séparations, même à des températures très basses, on opère avec un excès d'agent précipitant de manière qu'après l'élimination dudit agent et après élimination des corps précipités à poids moléculaire élevé, la solution reste stable, même aux températures basses, et soit exempte de manifestation de vieillissement.

Dans ce qui suit, on va décrire un exemple de mise en œuvre de l'invention:

On a obtenu une huile hydrogénée par l'hydrogénation de bitume primaire qui a été obtenue par le traitement de houille avec une quantité d'hydrogène insuffisante et en présence d'un solvant déterminé. De l'huile précitée, on a séparé une fraction dont

60 % distillait jusqu'à 300°, le reste distillant jusqu'à 400°. Cette fraction intermédiaire d'huile était relativement pauvre en hydrogène, la teneur en hydrogène étant de 8,4 %. Au cours de l'hydrogénation du bitume primaire, on a obtenu, par ailleurs, une fraction d'huile légère entrant en ébullition au-dessous de 220°. 35 parties de bitume primaire ont été dissoutes dans 65 parties de la fraction d'huile à 8,4 % d'hydrogène. On a obtenu une solution convenant pour le moteur Diesel, solution qui, au cours d'un emmagasinage prolongé à l'air présentait à 10° et au-dessous une petite quantité de précipité sous forme de sable fin. Cette solution a été portée à 80° C et l'on a ajouté à 100 parties de la solution, 20 parties de la fraction d'huile légère précitée distillant au-dessous de 200°. Après l'addition précitée, on a constaté la séparation, dans la proportion de 8 % de la solution ajoutée, d'un produit crasseux contenant encore de l'huile. Un brassage a permis la floculation des précipités qui pouvaient ensuite être facilement éliminés par filtration. Les 20 % d'huile légère bouillant jusqu'à 200° ont été récupérés par distillation à partir de la solution susvisée. La solution stabilisée ainsi obtenue était exempte de précipité, même après un emmagasinage prolongé à l'air et à des températures basses. A la place de la fraction d'huile légère citée dans l'exemple précité, on peut, dans le même but, utiliser des huiles dont l'action est analogue pour obtenir la stabilisation désirée: l'essence, le benzol, des fractions d'huile minérale légère, de l'huile à point d'ébullition correspondant et obtenue par synthèse à partir d'oxyde de carbone et d'hydrogène, etc, conviennent plus particulièrement. Etant donné que les agents précipitants susvisés peuvent toujours être réutilisés et qu'il ne faut remplacer que la faible perte provenant de la distillation, la consommation en agent précipitant coûteux reste dans des limites modérées.

Conformément au procédé, objet de l'invention, il est possible, par l'addition d'un agent précipitant particulier pouvant certainement être récupéré, de précipiter une partie de corps peu solubles et à poids moléculaire élevé dans des solutions telles que, par exemple, des solutions d'extraits de charbon ou des bitumes primaires dans des huiles hydrogénées, des huiles de goudron ou d'autres agents solvants appropriés. Grâce à ce procédé, les limites de solubilité d'extraits de charbon ou de bitumes primaires dans des huiles se trouvent élargies, ce qui fait que le domaine d'application pour les mélanges des corps solides précités dans des huiles pauvres en hydrogène se trouve considérablement élargi. Sous la dénomination « huile pauvre en hydrogène », on entend désigner par exemple une huile de goudron; sous la dénomination « huile riche en hydrogène », on entend désigner par exemple, une huile de paraffine.

RÉSUMÉ.

70

La présente invention a pour objet un procédé pour la fabrication d'huile de chauffage et d'huile pour moteur Diesel, huile obtenue par la solution de bitume primaire, d'extrait de charbon, etc., dans des huiles pauvres en hydrogène, ce procédé étant caractérisé par le fait que l'on ajoute à la solution considérée une partie d'une huile provoquant la précipitation, après quoi, l'huile provoquant la précipitation est de nouveau éliminée par distillation ou par d'autres moyens, après l'enlèvement des précipitations obtenues.

La présente invention a également pour objet le produit industriel nouveau que constitue une huile obtenue conformément au procédé spécifié ci-dessus.

Friedrich UHDE
et Theodor Wilhelm PFIRRMANN.

Par procuration :
DOM. CASALONCA.