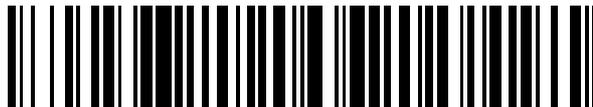


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 618 962**

51 Int. Cl.:

C10L 1/04 (2006.01)

C10G 33/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.12.2013 PCT/FR2013/053211**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.07.2014 WO2014102492**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.12.2013 E 13820842 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.02.2017 EP 2938709**

54 Título: **Composición combustible que comprende un fuelóleo pesado y un producto que procede de la biomasa**

30 Prioridad:

27.12.2012 FR 1262841

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

22.06.2017

73 Titular/es:

**TOTAL MARKETING SERVICES (100.0%)
24, Cours Michelet
92800 Puteaux, FR**

72 Inventor/es:

**MANON, BERNARD y
HAVIL, PATRICK**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 618 962 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

Composición combustible que comprende un fuelóleo pesado y un producto que procede de la biomasa

La presente invención se refiere a una composición combustible que comprende un fuelóleo pesado y un producto que procede de la biomasa.

5 Los fuelóleos pesados son hidrocarburos comerciales con alto punto de ebullición, relativamente ricos en heteroátomos como el azufre y el nitrógeno, y en metales. Los fuelóleos pesados necesitan, para la mayoría de ellos, ser almacenados en caliente con el fin de evitar todo riesgo de solidificación y con el fin de facilitar el bombeo y el flujo en los conductos de transporte. Los fuelóleos pesados comerciales deben cumplir la norma ASTM D396-98.

10 Habitualmente, los fuelóleos pesados se formulan mediante la unión de diferentes bases procedentes del refinado del petróleo. En ciertos casos, cuando las especificaciones comerciales son difíciles de cumplir con las bases utilizadas habitualmente para la formulación, el fuelóleo pesado se mezcla con fracciones más ligeras como destilados o fracciones desulfuradas, por ejemplo, un efluente de ARDS (desulfuración de residuos atmosféricos, del inglés "Atmospheric Residue DeSulfurization"), que tienen un valor añadido más importante, lo que el formulador busca evitar. Por otra parte, los fuelóleos pesados que resultan de la unión de diferentes bases deben ser
15 suficientemente estables durante el tiempo. La inestabilidad puede materializarse, por ejemplo, por un aumento de la viscosidad o por la sedimentación de ciertos productos. Es por tanto necesario llevar a cabo ensayos de estabilidad para toda nueva formulación de fuelóleo pesado.

Existe por tanto una necesidad de obtener fuelóleos pesados mejor adaptados a las restricciones medioambientales.

20 Los solicitantes no conocen la comercialización de un combustible pesado líquido cuyo coste en kWh sea comparable al del gas natural. Además, los sistemas de postratamiento de humos para respetar las restricciones medioambientales tienen un coste elevado.

Otra exigencia vinculada a los combustibles pesados es su utilización en las instalaciones de tipo 2910 A y 2910 B conforme a la nomenclatura ICPE (de las siglas en francés instalaciones clasificadas para la protección del medioambiente).

25 La industria del refinado, al menos en la Europa Occidental, tiene una tendencia a reducir la producción de fuelóleo pesado, debido a la bajada de la demanda. Esta bajada está vinculada al paso a fuentes alternativas de energía para los clientes, principalmente el gas natural, así como a las restricciones medioambientales que tienden a limitar la cantidad de azufre presente en los combustibles pesados, estando el azufre prácticamente ausente en el gas natural comercial. La disminución de la cantidad de azufre presente en los combustibles pesados necesita
30 inversiones en refinado y gastos de funcionamiento que vuelven a menudo esta etapa de purificación inviable económicamente. Además, el fuelóleo pesado necesita generalmente almacenarse a una temperatura cercana a 50 °C, con el fin de volverlo bombeable. Una disminución de la temperatura de almacenamiento permitiría mejorar el rendimiento energético global.

35 Por lo tanto, hay una necesidad de combustibles, líquidos o sólidos, de bajo coste, elaborados a partir de biomasa, los cuales pueden incorporarse a composiciones de fuelóleos pesados, con el fin de que estos últimos puedan adaptarse aún más a las restricciones medioambientales.

40 Entre los combustibles que proceden de la biomasa, las pastas de neutralización pueden utilizarse ventajosamente, y comprenden esencialmente ácidos grasos neutralizados por una base, y proceden directamente de la saponificación de un aceite vegetal o animal. Entre estos aceites, se puede citar, sin ser limitante, el aceite de colza, de soja, de girasol y de cacahuete y de oliva. Además de los ácidos grasos neutralizados por una base, las pastas de neutralización pueden contener, según su origen y la calidad de la saponificación, pequeñas cantidades de fosfolípidos o de mono-, di- o tri-glicéridos sin reaccionar. Habitualmente, los ácidos grasos tienen cadenas
45 carbonadas de C₁₂-C₂₄, preferiblemente C₁₆-C₂₀, o mejor C₁₆-C₁₈. Las ventajas asociadas a tales pastas de neutralización residen, por una parte, en su bajo coste de implementación y, por otra parte, en la ausencia de sustancias tóxicas indeseables, tales como los pesticidas, las aflatoxinas, los metales pesados, las dioxinas, los PCB y los nitritos.

50 Sin embargo, una de las mayores dificultades de estas pastas de neutralización reside en su contenido de agua, que puede ser excluyente en cuanto a su utilización como combustible. En efecto, tales pastas pueden contener proporciones importantes de agua que procede de la reacción de saponificación, típicamente, según los casos, de al menos 50% en peso. Otra dificultad está vinculada al hecho de que se trata según los casos de emulsiones, que conviene tratar de manera específica.

La utilización en calidad de combustible necesita por consiguiente implementar métodos de eliminación eficaz de esta agua y otros residuos sólidos o líquidos viscosos indeseables.

La invención se refiere por tanto a un procedimiento de preparación de una composición combustible final que comprende una composición de pasta de neutralización y un combustible pesado, que comprende las etapas siguientes de:

- 5 a) mezcla de la composición de pasta de neutralización y del combustible pesado en proporciones predeterminadas, y
- b) centrifugación de la mezcla resultante, para la obtención de la composición combustible final.

De esta manera, gracias a esta operación de centrifugación, es posible obtener una combustión combustible final, que presenta muy ventajosamente un contenido de agua inferior a 3%, incluso inferior a 1%, en particular comprendido entre 0,5% y 0,1% en peso.

- 10 Además de la eliminación de agua, recuperada en una fase acuosa, la implementación del procedimiento permite igualmente la eliminación eficaz de residuos sólidos en suspensión, tales como fangos, los metales pesados y otros, presentes frecuentemente en tales combustibles.

15 La etapa de centrifugación presenta la ventaja de una implementación simplificada, evitando recurrir a métodos de separación químicos complejos, tales como la destilación, los cuales pueden ser restrictivos en términos de precauciones y de corrosión indeseables, y costosos.

20 Por consiguiente, la composición combustible final, que representa la fase orgánica, oleosa, después de la centrifugación, puede utilizarse ventajosamente como combustible en instalaciones mencionadas en los apartados 2910 A y 2910 B relativos a las instalaciones clasificadas para la protección del medioambiente (decreto del 25/07/97 relativo a las prescripciones generales aplicables a las instalaciones clasificadas para la protección del medioambiente sometidas a declaración en el apartado nº 2910: combustión).

El apartado 2910 A menciona las instalaciones que utilizan combustibles comerciales con características conocidas, tales como el gas, carbón y biomasa.

25 El apartado 2910 B menciona los combustibles no clasificados como residuos y no clasificados en el apartado 2910 A, combustibles que son subproductos procedentes de la industria del refinado o de la petroquímica, tales como el combustible de alta viscosidad (CAV) y los coques de petróleo, que presentan características cercanas a las de los combustibles comerciales, en particular por lo que se refiere a las emisiones generadas por su combustión. El CAV es un combustible sólido a temperatura ambiente, líquido a la temperatura de empleo, constituido por una mezcla de moléculas hidrocarbonadas, análogas a las que se encuentran en los fuelóleos pesados. Los contenidos en azufre y en metales están vinculados a la naturaleza de los petróleos crudos utilizados para su elaboración.

30 En el marco de la invención, el combustible pesado puede elegirse del grupo constituido por las suspensiones de craqueo catalítico en lecho fluidificado (FCC, por sus siglas en inglés, de terminología conocida), el combustible de alta viscosidad y los fuelóleos pesados. Alternativamente, el combustible pesado puede ser un residuo oleoso de refinado, por ejemplo, los "slops" (productos de recuperación).

35 El fuelóleo pesado, en el contexto de la invención, puede ser un fuelóleo pesado que comprende una mezcla de asfaltenos peptizados por resinas, tales como los maltenos, en suspensión en un aceite. Estos asfaltenos son, en general, una de las fuentes principales de la producción de residuos de combustión carbonosos (contenido en asfaltenos de 2 a 8%). Otros parámetros del fuelóleo pesado entran también en la formación posible de residuos de combustión carbonosos: un contenido en residuo Conradson comprendido entre 6% y 15%, o aún un desequilibrio de la relación entre el carbono Conradson y metales. Tales fuelóleos pesados pueden ser igualmente los que tienen un contenido en azufre $\leq 1\%$ en peso (fuelóleo pesado de MBCA: muy bajo contenido en azufre) o que comprenden un contenido en azufre $\leq 0,55\%$ en peso (fuelóleo pesado de MMBCA: muy muy bajo contenido en azufre), el cual puede además comprender un o una pluralidad de aditivos, tales como activadores o aditivos de combustión. Un aditivo de combustión puede comprender tensioactivos. Tales compuestos son conocidos y están disponibles comercialmente. Un aditivo de combustión que comprende una mezcla de derivados de óxidos de Fe, Ca y/o Ce en un disolvente hidrocarbonado, tal como disolvente con base de hidrocarburos apolares, es el más preferido. Tal aditivo está presente preferiblemente con un contenido comprendido entre 0,020 y 0,030%. Un ejemplo es el producto Octapower CA2200, suministrado por la compañía Innospec.

Otros ejemplos de fuelóleos pesados son los citados anteriormente, y pueden ser muy fluidos para reducir las emisiones de NOx y de polvo.

50 Puede tratarse igualmente de fuelóleos pesados domésticos clásicos, conocidos por el especialista.

Un ejemplo preferido de fuelóleo pesado es el que comprende 50-60% en peso de CAV y 50%-40% de suspensión de FCC.

Los fuelóleos pesados comerciales deben cumplir muy ventajosamente la norma ASTM D396-98.

El combustible de alta viscosidad puede tener un alto contenido en azufre ($\leq 3,5\%$ en peso – ACA) o MBCA.

Se pueden conseguir los combustibles pesados citados anteriormente en la compañía Total Raffinage Marketing, y las diferentes propiedades fisicoquímicas y los contenidos en diversos productos de tales combustibles pesados están fácilmente disponibles especialmente en la página de internet de dicha compañía.

5 En el contexto de la invención, el combustible pesado puede ser un combustible pesado sólido, tal como los fangos de "slops", los residuos de tierra deshidratada y contaminada por hidrocarburos, el coque, el carbón y el hollín de la combustión.

La proporción de la composición de pasta de neutralización en la composición combustible final no está limitada, y puede estar comprendida preferiblemente entre 10% y 80% en peso, ventajosamente entre 30% y 80% en peso, en particular entre 50% y 75% en peso.

10 El interés de utilizar tal combustible está ligado principalmente a su PCI (poder calorífico inferior), cercano a 7800 kcal/kg, que puede variar según la proporción de agua presente en dicha pasta de neutralización, y a su bajo coste de producción y de explotación.

La etapa de centrifugación (etapa b)) puede ser ventajosamente una centrifugación trifásica, la que proporciona los mejores resultados en términos de eliminación de agua.

15 Sin embargo, la etapa de centrifugación puede ser una combinación de etapas, en particular comprender una primera etapa de centrifugación de tipo difásico, que permite separar las materias en suspensión en forma de fangos que contienen un mínimo de hidrocarburos, acoplada a una segunda etapa de centrifugación trifásica, que separa la fase de hidrocarburo reciclable, la fase acuosa depurada y las materias en suspensión residuales de la primera centrifugación. Esta etapa puede aplicarse mediante todos los dispositivos apropiados, conocidos y disponibles
20 comercialmente. Clásicamente, la centrifugación puede aplicarse con velocidades de 4000-6000 rpm.

La duración de la centrifugación depende de la naturaleza de las especies a separar, de su coeficiente de reparto, de la diferencia de densidad entre la fase acuosa, la fase oleosa y las partículas, del tamaño de las partículas, de la tensión superficial de las especies a separar, de la temperatura, de la velocidad de centrifugación. La duración de la separación se adapta por tanto al caso por el experto en la técnica, mediante los medios convencionales de medida
25 y control.

El procedimiento puede comprender después de la etapa a) y antes de la etapa b), una etapa de calentamiento hasta temperaturas ventajosamente comprendidas entre 60 °C y 90 °C, para favorecer los aspectos termodinámicos de la centrifugación, principalmente por disminución de la viscosidad de la mezcla, y para disminuir la tensión superficial. Conforme a un modo de realización, la temperatura puede incluso estar comprendida entre 100 °C y 220
30 °C.

El procedimiento puede comprender después de la etapa b) una etapa de filtración para eliminar los eventuales residuos sólidos en suspensión que no se hubieran eliminado mediante la etapa de centrifugación.

La filtración se lleva a cabo habitualmente sobre filtros de 400 a 600 µm.

35 El procedimiento puede comprender además ventajosamente, previamente a la etapa a) de mezcla, una etapa de adición de un ácido en la composición de pasta de neutralización, seguida de una etapa de agitación.

En efecto, los solicitantes han mostrado que tal adición permitía aumentar el rendimiento de separación de agua durante la aplicación de la etapa b), porque el ácido favorece la liberación de agua a partir de la composición de pasta de neutralización hacia una fase acuosa ácida generada de esta manera, y mejorar las propiedades fisicoquímicas de dicha composición, en particular mediante la mejora de la capacidad de bombeo de la composición
40 y mediante la reducción de la adherencia a las paredes.

Ventajosamente, los mejores resultados se obtienen cuando el ácido está presente con un contenido comprendido entre 0,2% y 10%, en particular entre 3% y 6% en peso con relación al peso total de la composición de pasta de neutralización.

45 El ácido debe poder asegurar su funcionalidad de liberación de agua a partir de la fase orgánica de la pasta de neutralización. El ácido es muy ventajosamente un ácido orgánico o inorgánico, o su mezcla, de concentración suficiente para llevar a cabo esta operación. De esta manera, es preferible que el ácido sea un ácido inorgánico fuerte, tal como ácido sulfúrico, clorhídrico, fosfórico, de concentración superior o igual a 25%. El ácido sulfúrico es preferido.

50 Una vez que se ha llevado a cabo la adición del ácido, se procede a una etapa de agitación, que puede llevarse a cabo mediante todos los medios conocidos, una implementación tanto en escala piloto como industrial. La duración de la agitación es variable y depende generalmente de la naturaleza de la pasta de la neutralización. La agitación se aplica habitualmente en duraciones de algunos minutos, tales como 3-10 min, o bien superiores a 10 min, para conseguir según las necesidades de 10 a 30 min, incluso 30-60 min.

Cuando se aplica tal etapa, en combinación con la etapa b) de centrifugación, se observa generalmente la formación de tres fases, que son las siguientes:

- 5 - Una fase oleosa ligera, sobrenadante, que es clara, que comprende de 45 a 55% en peso de aceite con relación al peso total de pasta de neutralización y ácido. Esta fase puede contener entre 1% y 2% en peso de agua.
- 10 - Una fase acuosa ácida que comprende de 45 a 55% en peso de agua que procede de la pasta de neutralización y del ácido añadido, con relación al peso total de pasta de neutralización y ácido. Su pH está comprendido habitualmente entre 2 y 3.
- Una fase intermedia, entre la fase orgánica y la fase acuosa ácida, en forma de una película, susceptible de comprender residuos de la pasta de neutralización. Esta capa intermedia puede representar entre 1% y 10% en peso con relación al peso total.

La suma en peso de todas las fases es 100%.

- 15 El aumento del volumen de ácido presente en el medio de reacción está a favor de una disminución de la fase intermedia, lo que incrementa el porcentaje en masa de la fase oleosa, y se observa una ganancia de masa de algún tanto por ciento, ventajosamente de 1% a 5%.

20 Como alternativa, el procedimiento puede comprender una etapa de adición de ácido, como se ha realizado anteriormente, llevada a cabo muy ventajosamente después de la etapa a) y antes de la etapa b), es decir, sobre la mezcla de pasta de neutralización y combustible pesado.

Este modo de realización es el más preferido, porque permite una mejor liberación del agua a la fase acuosa, y la presencia de agua en la composición combustible final está por lo tanto comprendida ventajosamente entre 1% y 0,1%, incluso mejor, entre 0,8 y 0,1%. Tal contenido en agua residual favorece las propiedades de combustión de la combustión final.

- 25 Además, los solicitantes han observado que el contenido en agua residual anterior es más bajo conforme la mezcla procedente de la etapa a) contiene más combustible pesado. Sin desear quedar ligado a teoría alguna, esto se explicaría por el hecho de que el contenido creciente en proporción del combustible pesado en la mezcla favorece el carácter lipófilo de la mezcla y el paso del agua desde la fase orgánica hacia la fase acuosa de la combustión combustible final.

- 30 Las composiciones combustibles finales pueden utilizarse preferiblemente en diversos dominios industriales, tales como en la industria del cemento, del azúcar, del vidrio, del papel y calefacción, sin ser limitante.

La invención se refiere igualmente a una composición combustible que comprende una mezcla de una pasta de neutralización y de un combustible pesado, en la que el contenido de agua es inferior a 3% en peso.

- 35 Conforme a las formas ventajosas, el contenido de agua puede ser inferior a 1%, comprendido en particular entre 0,5% y 0,1% en peso.

40 Además del bajo contenido de agua, la composición combustible contiene pequeñas cantidades de residuos sólidos en suspensión, tales como fangos, asfaltenos, metales, presentes frecuentemente en tales combustibles en proporciones variables, que corresponden sensiblemente a la media de su incorporación salida de cada una de las cargas utilizadas en el presente procedimiento modulo los sedimentos separados en la etapa de separación del agua y sedimentos y las pérdidas.

Tal composición combustible final es susceptible de obtenerse mediante la implementación del procedimiento anterior.

Esta composición combustible presenta las ventajas detalladas anteriormente.

Los ejemplos que siguen ilustran la invención sin limitar su alcance.

- 45 Ejemplo 1

Se consideran 100 litros de una mezcla 50/50 (p/p) de fuelóleo pesado de MBCA con una composición de pasta de neutralización que se ha preparado a partir de aceite de girasol.

El fuelóleo pesado de MBCA presenta un contenido en masa de azufre < 1%. Tal fuelóleo pesado se ha descrito anteriormente y está disponible en la compañía Total Raffinage Marketing.

- 50 Las diferentes características de este fuelóleo pesado se proporcionan en la tabla 1.

Tabla 1

Fuelóleo pesado de MBCA	
Contenido de agua	< 0,50% en masa
Ni	< 80 mg/kg
S	< 1% en masa
Insolubles	< 0,10% en masa
V	< 50 mg/kg
Viscosidad	< 9,5 cSt
Viscosidad a 100° C (mm ² /s)	< 40

5 La mezcla obtenida de esta manera se calienta hasta una temperatura de 80 °C, después se somete a centrifugación durante 20 min a 5000 rpm, después a filtración sobre filtros de 500 µm. Se extrae una cantidad de esta mezcla para análisis (muestra A).

Una muestra de fuelóleo pesado de MBCA (muestra B) y una muestra de composición de pasta de neutralización (muestra C) se someten a los mismos análisis, después de centrifugación.

Los resultados se proporcionan en la tabla 2.

Tabla 2

Muestra	A	B	C
% de agua	< 0,1	0,7	0,1
Viscosidad a 50° C (mm ² /s)	66,2	-	25,20
Viscosidad a 100° C (mm ² /s)	11,68	-	5,97
% de cenizas	0,4	0,2	0,4
PCI (cal/kg)	9622	10088	9500
% en masa de Cl	< 0,1	< 0,1	< 0,1
% en masa de S	0,8	1,4	0,7
% en masa de N	0,41	-	0,25
PCB (mg/kg)	< 10	< 10	< 10
Hg (mg/kg)	< 1	-	-
Cd (mg/kg)	< 10	-	-
Tl (mg/kg)	< 50	-	-
Co (mg/kg)	< 20	-	-
Ni (mg/kg)	< 15	< 80	
Sb (mg/kg)	< 100	-	-
Cr (mg/kg)	< 10	-	-
Pb (mg/kg)	< 50	-	-
V (mg/kg)	< 200	-	-
Mo (mg/kg)	< 100	-	-

ES 2 618 962 T3

Métodos de análisis

Contenido de agua: ASTM D95 o NF EN 3733,

Viscosidad: NF EN ISO 3104,

Contenido de cenizas: ASTM D482,

5 PCI: NFM 07030,

Contenido de cloro: calcinación,

Contenido de azufre: NF EN ISO 8754 o ASTM D4294,

Contenido de nitrógeno: ASTM D3228,

Contenido de PCB: cromatografía en fase gaseosa (CFG),

10 Metales pesados: ICP,

Insolubles: NF M 07 063

Ejemplo 2

Se consideran 100 litros de una mezcla 75/25 (p/p) de fuelóleo pesado de MBCA con una composición de pasta de neutralización que se ha preparado a partir de aceite de girasol.

15 El fuelóleo pesado de MBCA es el descrito en el ejemplo 1.

Se extrae una muestra (muestra D) y se practican diferentes análisis para caracterizarla (tabla 3).

Tabla 3

Análisis (muestra D)	
Viscosidad a 20° C (mm ² /s)	2528
Viscosidad a 100° C (mm ² /s)	23,93
Contenido de azufre (% en masa)	0,87
Contenido de insolubles (% en masa)	0,08
Contenido de cenizas (% en masa)	> 0,18
Contenido de agua (% en masa)	0,20

20 Se llevan a cabo ensayos de combustión con la muestra D sobre una caldera clasificada como 2910 B (ICPE, de las siglas en francés instalaciones clasificadas para la protección del medioambiente).

La tabla 4 presenta los resultados en términos de rendimientos de combustión y de emisión de gas, en función de la variación de ciertos parámetros (a, b, c).

Tabla 4

	A	b	b
Presión de combustible a alta presión (HP) en quemador (bar)	20	20	19
Temperatura del combustible en quemador (°C)	85	85	85
Temperatura del aire (°C)	32	36	37
Caudal de caloportador (m ³ /h)	4	4	4
Temperatura del fluido (°C)	230	230	230
Temperatura de los humos (°C)	239	253	241
CO ₂ (%)	10,8	11,5	11,4
O ₂ (%)	6,9	6,2	6,3
Exceso de aire (%)	48	40	41
Pérdidas por humos (%)	11,3	11,2	10,6
Rendimiento de combustión (%)	88,7	88,8	89,4
NOx (mg/Nm ³)	596	587	577
CO (ppm)	12	2	2

HP = alta presión

- 5 El combustible se bombea en un recipiente de carga y se envía a un bucle que incluye un retorno hacia el recipiente de carga, y se pasa a un calentador para llevarlo a la temperatura de inyección en el quemador. No se observa ningún problema a nivel de la combustión. La llama es estable en todos los casos.

Ejemplo 3

Se considera la muestra C para acidificación con un contenido creciente de ácido sulfúrico concentrado (50%).

- 10 Para esto, se mezclan 97 ml de muestra C con 3 ml de ácido sulfúrico (muestra E) y 95 ml de muestra C con 5 ml de ácido sulfúrico (muestra F). Después de la mezcla, se aplica una centrifugación trifásica durante 10 min, y se observa lo que sigue.

Muestra E

- 15 - Fase oleosa: 45% en peso y que contiene 2% de agua. El aceite es claro y constituye la composición combustible final.
 - Fase intermedia: 5% en peso, la mayor parte constituida de residuos de pasta de neutralización.
 - Fase acuosa ácida: 50% en peso, que tiene un valor de pH = 3.

Muestra F

- 20 - Fase oleosa: 50% en peso y que contiene 1% de agua. El aceite es claro y constituye la composición combustible final.
 - Fase intermedia: 2% en peso, la mayor parte constituida de residuos de pasta de neutralización.
 - Fase acuosa ácida: 48% en peso, que tiene un valor de pH = 2.

Ejemplo 4

Se considera la muestra A para acidificación con un contenido creciente de ácido sulfúrico concentrado de 95%.

- 25 Para esto, se mezclan 97 ml de muestra C con 3 ml de ácido sulfúrico (muestra G) y 87 ml de muestra C con 3 ml de ácido sulfúrico y 10 ml de agua (muestra H). Después de la mezcla, se aplica una centrifugación trifásica durante 10 min, y se observa lo que sigue.

Muestra G

- Fase oleosa: 86% en peso y que contiene 3% de agua. El aceite es claro y constituye la composición combustible final.
 - Fase intermedia: no hay presencia visible de esta fase.
- 5
- Fase acuosa ácida: 14% en peso, que tiene un valor de pH = 2.

Muestra H

- Fase oleosa que contiene 2% de agua. El aceite es claro y constituye la composición combustible final.
 - Fase intermedia: menos importante que la visible para las muestras E y F, la mayor parte constituida de residuos de pasta de neutralización.
- 10
- Fase acuosa ácida: tiene un valor de pH = 3.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de una composición combustible final que comprende una composición de pasta de neutralización y un combustible pesado, que comprende las etapas siguientes de:
 - 5 a) mezcla de la composición de pasta de neutralización y del combustible pesado en proporciones predeterminadas, y
 - b) centrifugación de la mezcla resultante, para la obtención de la composición combustible final,en el que el combustible pesado se elige dentro del grupo constituido por las suspensiones de craqueo catalítico en lecho fluidificado (FCC, por sus siglas en inglés), un combustible sólido a la temperatura ambiente, líquido a la temperatura de empleo, constituido por una mezcla de moléculas hidrocarbonadas, los fuelóleos pesados, los fangos de "slops" (productos de recuperación), los residuos de tierra deshidratada y contaminada por hidrocarburos, el coque, el carbón, el hollín de la combustión y un residuo oleoso de refinado.
- 10 2. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, en el que la proporción de la composición de pasta de neutralización en la composición combustible final está comprendida entre 10% y 80% en peso, ventajosamente entre 30% y 80% en peso, en particular entre 50% y 75% en peso.
- 15 3. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 o 2, en el que la etapa de centrifugación b) es una centrifugación trifásica.
- 20 4. Procedimiento conforme a la reivindicación 3, en el que la etapa b) comprende una primera etapa de centrifugación de tipo difásico acoplada a una segunda etapa de centrifugación trifásica.
- 25 5. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende además, previamente a la etapa a) de mezcla, una etapa de adición de un ácido a la composición de pasta de neutralización, seguida de una etapa de agitación.
- 30 6. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende una etapa de adición de ácido llevada a cabo después de la etapa a) y antes de la etapa b).
- 35 7. Composición combustible susceptible de obtenerse mediante la implementación del procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende una mezcla de una pasta de neutralización y de un combustible pesado, en la que el contenido de agua es inferior a 3% en peso y en la que el combustible pesado se elige del grupo constituido por las suspensiones de craqueo catalítico en lecho fluidificado (FCC, por sus siglas en inglés), un combustible sólido a la temperatura ambiente, líquido a la temperatura de empleo, constituido por una mezcla de moléculas hidrocarbonadas, los fuelóleos pesados, los fangos de "slops" (productos de recuperación), los residuos de tierra deshidratada y contaminada por hidrocarburos, el coque, el carbón, el hollín de la combustión y un residuo oleoso de refinado.