



P.- 50.344

Int. Cl.:	B01J/C09J
-----------	-----------

Case Nº P 6590 SPA  
RSPH/122

401429

**Memoria descriptiva**

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ  
N.V.

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en Carel van Bylandtlaan 30, La Haya, Holanda

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE HOLLIN A  
PARTIR DE UNA SUSPENSION ACUOSA DE HOLLIN"

(Clase Internacional C09c)

401429



La invención se refiere a un procedimiento para la separación de hollín a partir de una suspensión acuosa de hollín por adición de un líquido auxiliar inmiscible con el agua a la suspensión, y separación de una fase acuosa que está sustancialmente exenta de hollín. Se refiere en particular a un procedimiento en el cual el hollín como tal, se obtiene como producto comercial.

Suspensiones acuosas de hollín quedan disponibles, por ejemplo, en el lavado con agua de gases que contienen hollín. Más particularmente, están presentes cantidades considerables de hollín en los gases que se obtienen como productos de combustión por combustión incompleta de hidrocarburos que son líquidos a la temperatura normal o a temperaturas elevadas, tales como aceite combustible o asfalto separado con propano. Un ejemplo típico es el gas de síntesis, que se compone fundamentalmente de hidrógeno y monóxido de carbono y que se puede obtener por combustión incompleta de hidrocarburos con aire u oxígeno, opcionalmente en presencia de vapor de agua. Para su utilización ulterior, sin embargo, un tal gas contiene una cantidad inaceptable de hollín que se separa por lavado del gas bruto con agua. La presencia de hollín en gases de síntesis es indeseable, aunque sólo fuese debido a que estos gases se someten usualmente a una o más conversiones catalíticas sucesivas. Los depósitos de hollín sobre el catalizador reducirían rápidamente la actividad de este último a un valor inaceptablemente bajo, al pro-



pio tiempo que podría producirse, además, la obstrucción del lecho catalítico.

5 El gas de síntesis bruto producido por la combustión incompleta de aceites pesados en presencia de vapor de agua contiene usualmente de 1 a 10% en peso de hollín, y la suspensión de hollín obtenida por lavado del gas contiene de 0,5 a 5% en peso de hollín.

10 Por razones ambientales, la suspensión acuosa de hollín obtenida por la operación de lavado no se puede descargar sin tratamiento ulterior, en tanto que por razones económicas es también deseable recuperar el hollín de dicha suspensión de tal manera que el hollín resultante se pueda utilizar  
15 ulteriormente por su poder calorífico y otras propiedades.

20 Un procedimiento conocido para la separación de hollín a partir de una fase acuosa hace uso de la propiedad de algunos líquidos orgánicos, tales como hidrocarburos ligeros, para extraer el hollín de la fase acuosa, formándose una suspensión de hollín en el líquido orgánico. Esta última suspensión se pone subsiguientemente en contacto con un  
25 aceite hidrocarbonado pesado tal como aceite combustible que ha sido calentado después, como resultado de lo cual se evaporan los hidrocarburos ligeros y se obtiene una suspensión de hollín en el aceite hidrocarbonado pesado. En este procedimiento conocido, se utilizan, por consiguiente, los hidrocarburos ligeros como líquido auxiliar, siendo posible utilizar  
30

401429

#4



la suspensión resultante de hollín en aceite hidro-  
carbonado pesado, por ejemplo, como alimentación al  
procedimiento arriba mencionado para la producción  
de gas de síntesis.

5

Aún cuando en el procedimiento conocido  
a que se ha hecho referencia arriba el hollín no  
contribuye en modo alguno a la contaminación del am-  
biente, el procedimiento lleva consigo algunos in-  
convenientes de naturaleza técnica y económica. Por

10

ejemplo, se requieren cantidades comparativamente  
grandes de líquido auxiliar relativamente costoso y,  
con objeto de reducir al mínimo las pérdidas del  
mismo debidas a disolución en el aceite hidrocarbo-  
rado pesado, la evaporación de este líquido auxiliar  
debe efectuarse tan completamente como sea posible.

15

Debido a las cantidades relativamente grandes de lí-  
quido auxiliar, esta evaporación requiere una gran  
cantidad de calor. Después de ello, el líquido auxi-  
liar evaporado tiene que enfriarse y condensarse an-  
tes de que se pueda poner en contacto de nuevo con  
la suspensión acuosa de hollín. Frecuentemente, ade-  
más, se produce espuma durante la evaporación de la  
sustancia auxiliar debido a la presencia de agua. De-  
be añadirse a esto, que en la utilización de este mé-  
todo el hollín no se recupera como tal.

25

El objeto de la invención es ofrecer una  
solución para estos problemas y otros análogos pro-  
porcionando un procedimiento en el cual el hollín  
se obtiene principalmente en la forma de aglomerados  
de hollín que están prácticamente exentos de líquido

30



auxiliar o contienen únicamente una cantidad muy pequeña del mismo.

5 Así pues, la invención se refiere a un procedimiento para la separación de hollín a partir de una suspensión acuosa de hollín por adición de un líquido auxiliar inmiscible en agua a la suspensión y separación de una fase acuosa que está prácticamente exenta de hollín, en cuyo procedimiento, en una etapa de mezclado, la suspensión acuosa que contiene hollín se pone en contacto con el líquido auxiliar mientras que se agita enérgicamente con objeto de formar una dispersión en agua de aglomerados de hollín y líquido auxiliar, después de lo cual, en una etapa de separación, la dispersión acuosa de aglomerados se pone en contacto con una fase estacionaria de un líquido auxiliar análogamente inmiscible en agua, con lo cual los aglomerados pasan a esta fase, y por último se descarga una fase acuosa - prácticamente exenta de aglomerados - y los aglomerados se separan de dicha fase estacionaria de líquido auxiliar por medios mecánicos de tal manera que se arrastre con los aglomerados una cantidad de líquido auxiliar lo más pequeña posible, en tanto que cualquier cantidad de líquido auxiliar arrastrado se re-  
10  
15  
20  
25 pone, si es necesario, en la etapa de separación.

Un líquido que es capaz de aglomerar las partículas de hollín y de repeler además la fase acuosa debe utilizarse como líquido auxiliar. Además, es preferible utilizar un líquido auxiliar que tenga una densidad menor que la del agua. Para este fin  
30

401429

-4



son muy adecuados hidrocarburos ligeros tales como gasolina o nafta. Se pueden utilizar también, si se desea, hidrocarburos simples tales como tolueno y benceno, o hidrocarburos clorados tales como tetracloruro de carbono. La fase estacionaria de líquido auxiliar inmiscible con el agua debe estar constituida preferiblemente por el mismo líquido auxiliar utilizado en la etapa de mezclado.

Para asegurar un contacto íntimo en la etapa de mezclado entre las partículas de hollín y el líquido auxiliar suministrado, la "suspensión de hollín" acuosa se mantiene en movimiento turbulento. Para este fin es muy adecuada una potencia de agitación de 1,5-10 HP/m<sup>3</sup>.

El contacto de las partículas suspendidas de hollín con el líquido auxiliar en la etapa de mezclado tiene el efecto de que se rompe la distribución fina del hollín y se obtiene una dispersión en agua de partículas relativamente grandes o aglomerados con dimensiones de aproximadamente 1 mm o más. No se forma emulsión alguna ni siquiera cuando el líquido auxiliar contiene compuestos promotores o favorecedores de emulsión tales como ácidos nafténicos o fenoles.

Es preferible suministrar solamente una cantidad de líquido auxiliar a la etapa de mezclado suficiente para aglutinar las partículas de hollín a fin de formar aglomerados sin que quede cantidad alguna de líquido auxiliar libre. Para este fin, la cantidad de líquido auxiliar requerida es usualmente lige-



ramente mayor que la que corresponde al volumen total de poros del hollín que ha de aglomerarse. El líquido auxiliar se suministra usualmente a la etapa de mezclado en una proporción en peso de 2:1 a 6:1, basada en las partículas de hollín.

Una aplicación importante del procedimiento de acuerdo con la invención se encuentra en la producción de gas por oxidación parcial de hidrocarburos. Las suspensiones acuosas de hollín obtenidas por lavado de los gases de combustión con agua generalmente se hallan disponibles a temperatura y presión elevadas. La presión y temperatura reales de dicha suspensión de hollín dependen en cierto grado de la presión de gasificación utilizada; pero la temperatura está comprendida usualmente en el margen que va desde 110°C a 160°C, y la presión está comprendida usualmente entre 25 y 110 kg/cm<sup>2</sup>. Como regla, la suspensión de hollín se lleva en primer lugar a la presión atmosférica aproximadamente por expansión instantánea, lo cual tiene la ventaja de que los gases disueltos en el agua de hollín se liberan y no interfieren con el procedimiento de acuerdo con la invención. La suspensión de hollín caliente resultante se puede someter al procedimiento de la invención.

El procedimiento de acuerdo con la invención puede, por tanto, llevarse a cabo a temperaturas elevadas que están comprendidas en el margen que va desde 40°C a 160°C. Las presiones reinantes están determinadas por las presiones parciales del líquido

401429

4 A



auxiliar particular y del agua. En general, esta presión está comprendida entre 1 y 15 kg/cm<sup>2</sup>.

5 Como se ha indicado previamente, en la etapa de mezclado, en condiciones turbulentas, se forma una dispersión de aglomerados de hollín y líquido auxiliar en agua. Los aglomerados resultantes contienen en sí mismos muy poca agua. La cantidad en peso de esta dispersión acuosa suministrada por unidad de tiempo a la etapa de separación es preferiblemente  
10 tal que corresponde sustancialmente a la suma de las cantidades en peso de líquido auxiliar y hollín que han de descargarse como aglomerados y de agua exenta de hollín procedente de la etapa de separación por unidad de tiempo. Manteniendo una cantidad relativamente  
15 grande de líquido auxiliar (que, como se ha indicado previamente, no es necesario que sea el mismo líquido auxiliar que se suministra a la etapa de mezclado) en la etapa de separación como fase estacionaria, los aglomerados de hollín llegan finalmente a  
20 encontrarse en un exceso de líquido auxiliar. Los aglomerados están entonces rodeados completamente por el líquido auxiliar, garantizándose también que el agua que se encontraba en la proximidad inmediata de estos aglomerados sea desplazada en gran parte por  
25 líquido auxiliar.

La fase estacionaria de líquido auxiliar constituye preferiblemente del 30 al 80% de la fase líquida presente en la etapa de separación. Se obtienen resultados satisfactorios con una fase estacionaria que constituya aproximadamente el 50% de dicha  
30



fase líquida. En las condiciones del procedimiento de acuerdo con la invención, el tiempo de permanencia del líquido auxiliar en la fase estacionaria es aproximadamente de 30 minutos o mayor.

5 Si se utiliza un líquido auxiliar que tenga una densidad más baja, está presente una fase acuosa, constituida esencialmente por agua exenta de hollín, bajo la fase estacionaria en la etapa de separación. No se aprecia formación de emulsión alguna en la interfase o superficie de contacto entre 10 las dos capas, y esto constituye una ventaja importante para una separación apropiada de los aglomerados y el agua. El agua exenta de hollín se puede utilizar de nuevo para el lavado de gas que contiene 15 hollín, con o sin tratamiento adicional tal como flotación, con objeto de separar cualesquiera componentes de cenizas presentes en aquél.

Después de su separación, los aglomerados de hollín arrastrarán, como regla, una cierta cantidad de líquido auxiliar. Se añade líquido auxiliar 20 de reposición a la etapa de separación, preferiblemente en o cerca de la interfase entre la fase acuosa y la fase estacionaria.

Los aglomerados se separan de la fase estacionaria del líquido auxiliar por medios mecánicos 25 de tal manera que se retire con dichos aglomerados la cantidad más pequeña posible de líquido auxiliar. Para esta finalidad es muy adecuado un tornillo de Arquímedes con objeto de hacer subir los aglomerados separándolos así del líquido auxiliar. Un tornillo 30

401429 -4



de este tipo se puede definir como un tubo con un ángulo de pendiente positivo, tubo que está provisto de una bomba de tornillo sin fin. La bomba de tornillo sin fin se mueve desde un punto situado por debajo de la superficie del líquido de dicha fase estacionaria hasta fuera de la etapa de separación y por encima de esta superficie líquida. Dejando un cierto espacio libre entre la bomba de tornillo sin fin y el tubo, es posible que cualquier cantidad de líquido auxiliar que se haya hecho subir con los aglomerados retorne automáticamente a la capa líquida estacionaria.

Así pues, el objeto es garantizar, en un procedimiento continuo, que se suministre una menor cantidad de líquido auxiliar por unidad de tiempo a la etapa de separación que a la etapa de mezclado, de tal manera que la proporción en peso de las cantidades de líquido auxiliar suministradas por unidad de tiempo a la etapa de mezclado y a la etapa de separación está comprendida entre 1:1 y 1:0.

De acuerdo con una realización preferida del procedimiento de acuerdo con la invención, la suspensión acuosa de hollín y el líquido auxiliar se suministran por separado cerca del fondo de la etapa de mezclado, la cual consiste preferiblemente en una zona de mezclado oblonga dispuesta verticalmente, mientras que los aglomerados de hollín en agua se separan de la etapa de mezclado cerca del extremo superior. Esto hace que sea posible hacer pasar la dispersión acuosa de aglomerados de hollín en agua



5 directamente desde la zona de mezclado turbulento a una zona de separación localizada inmediatamente por encima, con lo cual no tiene lugar la separación de la dispersión en sus componentes. Por consiguiente, es preferible hacer pasar la dispersión de aglomera-  
10 dos de hollín en agua a la etapa de separación, la cual consiste preferiblemente en una zona de separación oblonga dispuesta verticalmente, cerca del fondo de la misma. De esta manera, los aglomerados de hollín cubren una distancia tal a través de la fase estacionaria de líquido auxiliar que es arrastrada por los mismos una cantidad lo más pequeña posible de agua adherida. La fase acuosa exenta de hollín se descarga preferiblemente de la etapa de separa-  
15 ción cerca del fondo. Con objeto de evitar que la dispersión acuosa de aglomerados de hollín desaparezca a través de esta salida de agua inmediatamente después de haber sido introducida en la zona de separación, la fase acuosa se hace salir preferiblemente de la zona de separación por un punto situado más aba-  
20 jo de aquél en el que se suministra la dispersión de aglomerados de hollín en agua a la zona de separación.

25 Los aglomerados de hollín separados mecánicamente de la fase estacionaria son muy adecuados para su transformación ulterior en hollín seco o gránulos de hollín seco. A este fin, los aglomerados de hollín se liberan a temperatura elevada de líquido auxiliar adherido y fijado. Esto se puede conseguir de manera muy adecuada poniendo en contacto los aglo-  
30



merados en contracorriente con vapor de agua recalentado, de tal manera que se separe por evaporación el líquido auxiliar.

5 Dicha separación de líquido auxiliar por medio de evaporación se puede efectuar en un lecho fluidificado de los aglomerados de hollín, consiguiéndose la fluidificación mediante el empleo de un gas caliente o vapor de agua a una temperatura de 150°C a 350°C. Alternativamente, los aglomerados  
10 y cualquier cantidad de líquido auxiliar arrastrado se pueden hacer pasar a temperatura elevada y/o a presión reducida sobre una o más placas horizontales o inclinadas, que están dispuestas en el interior de un evaporador. Tales placas se pueden emplear  
15 también en combinación con un lecho fluidificado.

La presión empleada para evaporar el líquido auxiliar y secar los aglomerados de hollín todavía húmedos puede ser igual o inferior a la presión utilizada en la etapa de mezclado y en la etapa de separación.  
20

El hollín seco obtenido en forma de gránulos de hollín tiene una porosidad muy alta, un tamaño de partículas muy pequeño y una gran superficie específica. La densidad aparente está comprendida entre 0,01 y 0,16 g/cm<sup>3</sup>. Es particularmente adecuado  
25 para tratamiento de aguas o purificación de aguas, en general como carbón activado, para uso como pigmento negro para caucho, plásticos y tintas de imprenta, etcétera; para uso en baterías, etc.

30 Es también posible incorporar los aglomera-



5 dos separados por medios mecánicos en un aceite hidrocarbonado pesado que se utilice como combustible en un procedimiento de oxidación parcial para la producción de gas de síntesis. Una ventaja principal en relación con esto, es que los aglomerados están prácticamente exentos de agua, con lo que se evita la engorrosa formación de espuma que se producía invariablemente con anterioridad. Además, los aglomerados contienen una cantidad muy pequeña de líquido

10 auxiliar después de ponerse en contacto con el aceite hidrocarbonado pesado caliente si, como se ha descrito arriba, se hacen pasar primeramente sobre una serie de placas inclinadas u horizontales en un evaporador antes de llegar a donde se encuentra dicho

15 aceite en la parte inferior de este evaporador.

El aceite hidrocarbonado pesado tiene un punto de ebullición más alto que el líquido auxiliar. El aceite hidrocarbonado pesado a utilizar puede ser un aceite combustible o un asfalto, en general aceites hidrocarbonados que sean adecuados como alimentación para la producción de gas de síntesis.

20

El líquido auxiliar evaporado se puede recuperar por condensación y puede suministrarse de nuevo a la etapa de mezclado y/o la etapa de separación.

25

La invención se esclarecerá a continuación con referencia a las Figuras y a los Ejemplos que siguen:

La Figura 1 es un diagrama de una instalación para la realización de un procedimiento de acuer

30

401429



do con la invención, en el cual se puede obtener una suspensión de partículas de hollín en un aceite pesado.

5 La Figura 2 es un diagrama de una instalación diferente para la producción de suspensiones de hollín en aceite de acuerdo con un procedimiento alternativo de la invención, y

10 la Figura 3 es un diagrama para un procedimiento de acuerdo con la invención, en el cual el hollín se produce como tal.

15 En la Figura 1, un recipiente de mezclado 1 y un recipiente de separación 2 están acomodados en un alojamiento oblongo común y separados por un tabique 3 semejante a un embudo con un conducto central 4. Atravesando el fondo de este alojamiento existe un eje 6 accionado por un motor 5 localizado en el exterior del alojamiento, eje que forma un agitador provisto de paletas 7 situadas en el interior del recipiente de mezclado 1. Cerca del extremo inferior del recipiente de mezclado, se suministran una suspensión acuosa de hollín y un líquido auxiliar por las tuberías 8 y 9 respectivamente. Estos dos líquidos se agitan en condiciones turbulentas, formándose aglomerados de hollín y líquido auxiliar que permanecen dispersados en agua.

20  
25  
30 Esta dispersión acuosa de aglomerados de hollín entra en el recipiente de separación 2 por vía del conducto 4 bajo la influencia de las dos alimentaciones líquidas al recipiente de mezclado. Desde este recipiente 2, en un nivel inferior al del



conducto 4, se retira una fase acuosa sustancialmente exenta de hollín por una tubería 10, en tanto que los aglomerados de hollín en una capa estacionaria de agua 11 ascienden a una capa estacionaria de líquido auxiliar 12. La capa estacionaria de agua se mantiene mediante el suministro de dispersión acuosa de aglomerados de hollín a través del conducto 4, y la capa estacionaria de líquido auxiliar se mantiene, en la medida en que es necesario, mediante el suministro de líquido auxiliar de reposición por una tubería 13 que entra en el recipiente de separación 2 por un punto situado aproximadamente a la mitad de su altura, es decir cerca o inmediatamente debajo de la interfase 14 entre las dos capas estacionarias 11 y 12. En el Ejemplo en cuestión, el líquido auxiliar tiene una densidad inferior a la del agua. Los aglomerados de hollín que están constituidos por hollín y una cantidad de líquido auxiliar absorbido que es preferiblemente ligeramente mayor que el volumen de poros de las partículas de hollín, deberían ascender, además, con suficiente rapidez a la capa estacionaria de líquido auxiliar para impedir que sean arrastrados al exterior con la fase acuosa por la tubería 10.

Los aglomerados de hollín recogidos en la capa estacionaria de líquido auxiliar 12 se hacen ascender a partir de dicha capa estacionaria por medio de un tornillo de Arquímedes 15, retirándose así del recipiente de separación 2. El tornillo 15, cuyo eje es accionado por un motor 16, está localizado en un

401429 -4 ABR. 1951



tubo hueco 17 que se abre al exterior por encima de la superficie líquida 18 de la capa estacionaria de líquido auxiliar en el recipiente de separación 2, y asciende en dirección inclinada desde dicho punto. Este tubo hueco se prolonga preferiblemente por encima del lado superior del recipiente 2, y tiene un diámetro interior que es mayor que el diámetro del tornillo sin fin 15, con lo cual prácticamente la totalidad del líquido auxiliar arrastrado por los aglomerados de hollín retrocede al recipiente 2 a lo largo de la pared del tubo 17. El tornillo sin fin 15 se prolonga una cierta distancia en el interior de la capa estacionaria 12.

Los aglomerados elevados por el tornillo sin fin 15 se depositan en condiciones prácticamente exentas de líquido auxiliar arrastrado en una ramificación 19 del tubo hueco 17. Si se desea, un dimensionamiento adecuado del tubo hueco 17 y del tornillo sin fin 15 y un ajuste apropiado de la velocidad del motor 16 permiten que una cierta cantidad de líquido auxiliar libre sea arrastrada por los aglomerados con el fin de evitar obstrucciones, por ejemplo.

Los aglomerados húmedos de hollín constituidos por partículas de hollín y líquido auxiliar absorbido, junto con cualquier cantidad de líquido auxiliar libre adherido arrastrado, se suministran por la ramificación 19 a una columna de evaporación 20, cuya parte superior 21 contiene placas inclinadas 22 dispuestas en zigzag para la adecuada distri-



bución y diseminación de los aglomerados, que caen a la parte inferior 23 del evaporador.

5 El contacto entre los aglomerados y las placas 22 se efectúa preferiblemente a temperaturas elevadas de tal manera que al menos cualquier eventual cantidad arrastrada de líquido auxiliar libre, y a ser posible también al menos una parte del líquido auxiliar absorbido, se separe de los aglomerados por evaporación.

10 En la parte inferior 23 del evaporador, está dispuesto un dispositivo de pulverización 25, alimentado por una tubería 24, mediante el cual se pulveriza aceite pesado y caliente. La temperatura de este aceite es preferiblemente mayor que el punto de ebullición o el intervalo de ebullición del líquido auxiliar, con lo cual se evapora la totalidad del líquido auxiliar absorbido cuando los aglomerados se ponen en contacto con las gotitas de aceite caliente y caen a la capa estacionaria de aceite 26. El líquido auxiliar evaporado se hace salir al exterior por una tubería de aspiración 27 que se abre en el extremo superior del evaporador, y este vapor calienta preferiblemente las placas 22 y, en contracorriente, los aglomerados que se encuentran sobre ellas. Si se desea, las placas se pueden calentar también por otros medios (no representados), por ejemplo con vapor de agua recalentado. Los aglomerados que han caído a la capa de aceite 26 cuyo nivel se repone constantemente de modo espontáneo se pueden desintegrar parcialmente y, por

15  
20  
25  
30

401429



5 una tubería 28, se hace salir al exterior finalmente un aceite que contiene hollín, el cual, como tal o posiblemente después de moler los aglomerados que no se hayan desintegrado totalmente, puede utilizarse como materia prima de alimentación para la prepara-  
10 ción de gas de síntesis que contiene hidrógeno y monóxido de carbono por medio de oxidación parcial.

En aquellos casos en que se desea recuperar hollín seco - en contraposición al procedimiento de acuerdo con la Figura 1 -, la parte inferior 23 del evaporador 20, por ejemplo, puede omitirse y se puede sustituir, por ejemplo, por un lecho fluidificado al cual se llevan como alimentación los aglomerados de manera dosificada a través de las placas 22.

15 En la Figura 2, se ilustra esquemáticamente una instalación en la cual, por lo que se refiere al aparato de aglomeración, los números de referencia del 1 al 19 inclusive son idénticos a los utilizados en la Figura 1. El funcionamiento de esta parte de  
20 la instalación es también idéntico al correspondiente a la Figura 1. Entre un punto situado a mitad de camino en el sentido de la longitud del tubo hueco 17 y la tubería 13, está conectada otra tubería 29 mediante la cual se puede desatascar por soplado el tubo 17 en la eventualidad de una obstrucción. Por  
25 lo demás, pueden estar dispuestas válvulas de cierre en todas las tuberías de entrada y salida de las instalaciones que se muestran en las Figuras 1, 2 y 3, provistas a ser posible de dispositivos de medición y control del caudal de fluido, que gobiernen auto-  
30



máticamente las válvulas.

La tubería 10 para la descarga de la fase acuosa exenta de hollín está conectada a un recipiente de regulación 30, desde el cual se hace salir al exterior una fase acuosa por una tubería 31. Una tubería 32, así como la tubería de nitrógeno 33 para elevar la presión en el recipiente de separación, tiene su entrada en el tubo hueco 17 cerca de su extremo superior, de tal manera que reina la misma presión en el recipiente 30 que en el recipiente 2.

Las bombas 34 y 35 para suministrar líquido auxiliar al recipiente de mezclado 1 y al recipiente de separación 2, respectivamente, están localizadas en las tuberías 9 y 13, respectivamente, y conectadas a la tubería común 36 para la recirculación de líquido auxiliar regenerado.

Conectado a una ramificación 19, existe un dispositivo de interrupción 37 que hace pasar los aglomerados, y cualquier cantidad de líquido auxiliar libre arrastrado, a través de la conexión 38 del evaporador sin necesidad de compensar el gradiente de presión que se mantiene entre el recipiente de separación 2 y el tubo hueco 17 por una parte, y el evaporador 39 por la otra. El evaporador 39 se hace trabajar a una presión más baja que la del recipiente de separación 2, en el cual se puede mantener una atmósfera de gas inerte o, por ejemplo, vapor de líquido auxiliar por encima de la superficie del líquido.

La conexión 38 se abre en el interior de

401429



5 un vertedor anular invertido 40, que sirve para evitar la posibilidad de que partículas de hollín puedan ser arrastradas fuera del evaporador directamente por vía de la tubería 41 correspondiente a la descarga de los vapores del líquido auxiliar.

10 Se añade una cantidad considerable de aceite pesado caliente por una tubería 42 a la corriente de aglomerados de hollín en la conexión 38 del evaporador, con lo cual el líquido auxiliar relativamente ligero existente en el evaporador 39 es expulsado de la mezcla resultante de hollín y aceite, y es hecho salir al exterior por la tubería 41. La mezcla de hollín y aceite que está ahora prácticamente exenta de agua y líquido auxiliar, se descarga por  
15 una tubería 43 y se homogeneiza por medio de un dispositivo 44. Esta mezcla se recircula en parte, y el resto se somete a un arrastre con vapor de agua para separar el líquido auxiliar disuelto antes de  
20 descargarlo de la instalación como corriente de producto.

La porción de la mezcla que se recircula por una tubería 45, se suministra a la tubería 42 antes mencionada junto con aceite caliente de nueva aportación procedente de una tubería 46.

25 El líquido auxiliar en estado de vapor descargado por la tubería 41, y el resto de la mezcla arriba mencionada de hollín y aceite existente en una tubería 47, se hacen pasar a la parte central de un separador de arrastre del tipo de platos 48 y se  
30 someten en éste a arrastre con vapor de agua para



5 obtener una fase de vapor relativamente pura constituida por vapor de agua y líquido auxiliar en estado de vapor (que se descarga por el extremo superior por una tubería 49) y una mezcla de hollín y aceite pesado (que se descarga en el extremo inferior del separador de arrastre 48 por una tubería 50). Esta corriente de producto que está constituida por una suspensión de hollín en aceite, se descarga por una tubería 51 y se puede utilizar en otra parte como combustible, por ejemplo.

10

Un recipiente 53 sirve para condensar la fracción de vapores procedente de la tubería 49 y para dividirla en una corriente de agua (que se descarga por una tubería 54) y una corriente de líquido auxiliar (que se descarga por una tubería 55). Una porción de este líquido auxiliar se recircula por una tubería 56 al separador de arrastre 48, y el resto se suministra a la tubería 36 arriba mencionada después de enfriarlo.

15

20

La Figura 3 muestra un aparato de aglomeración que comprende un recipiente de mezclado 1 dispuesto verticalmente, que corresponde en esencia al ilustrado en las Figuras 1 y 2. Sin embargo, el recipiente de separación 2 no está acomodado en un mismo alojamiento con el recipiente de mezclado 1, sino que está montado en un ángulo oblicuo de tal manera que se obtiene una adaptación a la inclinación del tornillo sin fin 15. Los dos recipientes separados 1 y 2 están en comunicación directa entre sí a través del conducto 4 para el paso a su través de la disper-

25

30

401429-4 AB



si3n de aglomerados de holl3n en agua.

Una parte del tubo hueco 17 est3 reemplazada por un tubo de tela met3lica 57, a cuyo alrededor una camisa envolvente 58 sirve para descargar l3quido auxiliar arrastrado con los aglomerados al exterior del tubo hueco 17 y para recircularlo por v3a de una tuber3a de retorno 59 al recipiente de separaci3n 2. Este aparato de aglomeraci3n es, por lo dem3s, id3ntico a los ilustrados de acuerdo con las dos Figuras anteriores, por lo que se refiere a su modo de trabajo.

La tuber3a 38 en la cual el dispositivo 37 deja libres aglomerados pr3cticamente secos, est3 conectada al espacio 60 situado por encima del tamiz 61 de un recipiente 62, en el que se mantiene un lecho fluidificado de aglomerados 63. La fluidificaci3n se consigue preferiblemente con ayuda de vapor de agua recalentado a una temperatura de, por ejemplo, 350°C, que se introduce por v3a de una tuber3a 64 y que se retira por medio del cicl3n 65 y de una tuber3a 66. Un serpent3n helicoidal para aceite caliente 67 garantiza un intercambio de calor con el lecho 63 y, despu3s de un tiempo de permanencia suficientemente largo, los gr3nulos secos de holl3n se hacen salir al exterior por un espacio situado al otro lado de una placa de desviaci3n 68 y por una tuber3a 69 para su tratamiento ulterior. Estos gr3nulos de holl3n secos est3n pr3cticamente exentos de l3quido auxiliar absorbido.

El funcionamiento de las instalaciones que



se muestran esquemáticamente en las Figuras 1, 2 y 3, se esclarecerá adicionalmente a continuación con referencia a los Ejemplos que siguen.

EJEMPLO I

5

10

15

En una instalación como la que se muestra en la Figura 1, se suministra una suspensión acuosa de hollín a una temperatura de 100°C por la tubería 8 al recipiente de mezclado 1 en una cantidad de 1.500 kg/h de agua y 25 kg/h de hollín. Por la tubería 9, se suministra al recipiente de mezclado 1 gasolina con un punto de ebullición final de 90°C (densidad 0,65) en una cantidad de 100 kg/h, y por la tubería 13 se suministra al recipiente de separación 2 gasolina en una cantidad de 50 kg/h. En ambos recipientes, el recipiente de mezclado 1 y el recipiente de separación 2, reina una presión de 5,5 kg/cm<sup>2</sup>.

20

25

30

En el recipiente de separación 2 está presente una capa estacionaria de aproximadamente 50 litros de gasolina que constituye aproximadamente el 50% de la fase líquida presente en este recipiente. El tiempo de permanencia de la gasolina en esta fase es mayor de 30 minutos. Se deja salir al exterior del recipiente de separación 2, por la tubería 10, agua en una cantidad de 1.475 kg/h, y por el tornillo de Arquímedes 15 se retiran 200 kg/h de aglomerados húmedos, estando constituidos dichos 200 kg por 75% en peso de gasolina, 12,5% en peso de agua y 12,5% en peso de hollín.

401429



Estos aglomerados se introducen por la tubería 19 y el cierre giratorio 37 en el tubo de mezclado 38, en el que se les añade una corriente de recirculación de 2.000 kg/h de aceite combustible caliente que contiene hollín a una temperatura de 280°C. El aceite caliente y los aglomerados se hacen pasar luego al evaporador, en el que reina una presión de 4 kg/cm<sup>2</sup>, y la totalidad del agua junto con la mayor parte de la gasolina se separan de los aglomerados por evaporación. Una mezcla de 125 kg/h de vapores de gasolina y 25 kg/h de vapor de agua a una temperatura de 130°C se retira del evaporador por la tubería 41, y una corriente de 2.050 kg/h del aceite caliente a una temperatura de 250°C se retira también del mismo, en la cual corriente están presentes aproximadamente 4,5% en peso de hollín y aproximadamente 4,5% en peso de gasolina.

Una cantidad de aproximadamente 1.500 kg/h de esta suspensión de hollín en aceite se hace recircular por la tubería 45 a la tubería 42 antes mencionada, a la cual se suministra análogamente por la tubería 46 una cantidad de 500 kg/h de aceite combustible de nueva aportación exento de hollín a una temperatura de 290°C. Los 550 kg/h restantes de suspensión de hollín en aceite se hacen pasar por la tubería 47 al separador de arrastre 48, el cual se hace funcionar con vapor de agua esencialmente a la presión atmosférica. Los 550 kg/h de suspensión de hollín en aceite a una temperatura de 250°C contienen 25 kg/h de hollín y 25 kg/h de gasolina. La mez-



5 cla de vapores de gasolina y vapor de agua existente en la tubería 41 se hace pasar también al separador de arrastre 48, al que se suministra por la tubería 52 una cantidad de vapor de agua recalentado de 25 kg/h a una temperatura de 350°C.

10 Una mezcla de 200 kg/h de vapores de gasolina y 50 kg/h de vapor de agua se retira del separador de arrastre por su extremo superior por la tubería 49 y se separa en el recipiente 53 a una temperatura de 40°C. Se dejan salir al exterior 50 kg/h de agua por la tubería 54 y 200 kg/h de gasolina se dejan salir por la tubería 55, de cuya cantidad se hacen recircular directamente 50 kg por la tubería 56 como reflujo al separador de arrastre, y 150 kg se envían hacia las bombas 34 y 35 por la tubería 36.

15 Una corriente de producto constituida por 525 kg/h de suspensión de hollín en aceite a una temperatura de 253°C, se deja salir por el extremo inferior por las tuberías 50 y 51, conteniendo dicha corriente 25 kg/h de hollín y todavía aproximadamente 0,5% en peso de gasolina.

#### EJEMPLO II

25 En el aparato de aglomeración que se muestra en la parte de la izquierda de la Figura 3, 1.000 kg/h de agua y 20 kg/h de hollín en la forma de una suspensión acuosa de hollín, se suministran al recipiente de mezclado 1 por la tubería 8 y se mezclan con 80 kg/h de gasolina suministrada al recipiente de

401429 24 ABR.



mezclado por la tubería 9. Una cantidad de 20 kg/h de gasolina se suministra al recipiente de separación 2 por la tubería 13, mientras que 50 kg/h de gasolina fluyen de retorno al recipiente 2 por la tubería 59. Por la tubería 10 se retiran 980 kg/h de agua.

Los 140 kg/h de aglomerados húmedos que se retiran del recipiente 2 por vía del tornillo de Arquímedes 15 contienen 20 kg/h de agua y 20 kg/h de hollín, estando constituido el resto por gasolina. La presión en el recipiente de separación está comprendida entre aproximadamente 1 y 5 kg/cm<sup>2</sup>.

Los aglomerados se hacen pasar por la tubería 19 y el cierre giratorio 37 al recipiente 62, en donde se secan a una presión aproximadamente igual a la atmosférica en un estado fluidificado por encima del tamiz 61 con ayuda de vapor de agua recalentado a una temperatura de 350°C. Una cantidad de aproximadamente 20 kg/h de gasolina contenida en el vapor de agua recalentado se hace salir al exterior por la tubería 66, mientras que 20 kg/h de gránulos secos de hollín se retiran del lecho fluidificado 63 por medio del rebosadero 68 y la tubería 69. Estos gránulos de hollín son granulares y no se pegan unos con otros. Con ayuda de una ligera presión se pueden pulverizar para dar hollín seco.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, con fecha 6 de Abril de 1971 bajo el Número 71 04 634, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad

Industrial.

401429



5

- REIVINDICACIONES -

10

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

15

20

25

30

1.- Un procedimiento para la separación de hollín a partir de una suspensión acuosa de hollín por adición de un líquido auxiliar inmiscible con agua a la suspensión y separación de una fase acuosa que está prácticamente exenta de hollín, en el cual procedimiento, en una etapa de mezclado, la suspensión acuosa de hollín se pone en contacto con el líquido auxiliar al mismo tiempo que se agita enérgicamente con objeto de formar una dispersión en agua de aglomerados de hollín y líquido auxiliar, después de lo cual, en una etapa de separación, la dispersión acuosa de aglomerados se pone en contacto con una fase estacionaria de un líquido auxiliar así mismo inmiscible con agua con lo cual los aglomerados pasan a esta fase, y por último se descarga una fase

11-4-72

74 ABP

401429



acuosa - prácticamente exenta de aglomerados -, y los aglomerados se separan de dicha fase estacionaria de líquido auxiliar por medios mecánicos de tal manera que se arrastra con los aglomerados una cantidad de líquido auxiliar lo más pequeña posible, en tanto que cualquier cantidad de líquido auxiliar posiblemente arrastrado se repone, si es necesario, por nueva aportación en la etapa de separación.

5

10

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la proporción en peso de las cantidades de líquido auxiliar suministradas por unidad de tiempo a la etapa de mezclado y a la etapa de separación está comprendida entre 1:1 y 1:0.

15

3.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el líquido auxiliar en la fase estacionaria constituye del 30 al 80% en volumen de la fase líquida presente en la etapa de separación.

20

4.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el tiempo de permanencia del líquido auxiliar en la fase estacionaria en la etapa de separación es al menos de 30 minutos.

25

5.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual los aglomerados separados de la fase estacionaria de líquido auxiliar por medios mecánicos se tratan para dar hollín seco o gránulos de hollín secos, para lo cual se liberan de líquido auxiliar adherido

30

1.4.72

40142-9 ABR.



y fijado a temperatura elevada.

6.- Un procedimiento para la separación de hollín a partir de una suspensión acuosa de hollín.

5

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintinueve hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

10

Madrid,

-4 ABR. 1972

P.A.

Alberto de Izaburu  
For For...

1.4.72/RTA.-



401429

-4 APR 1930

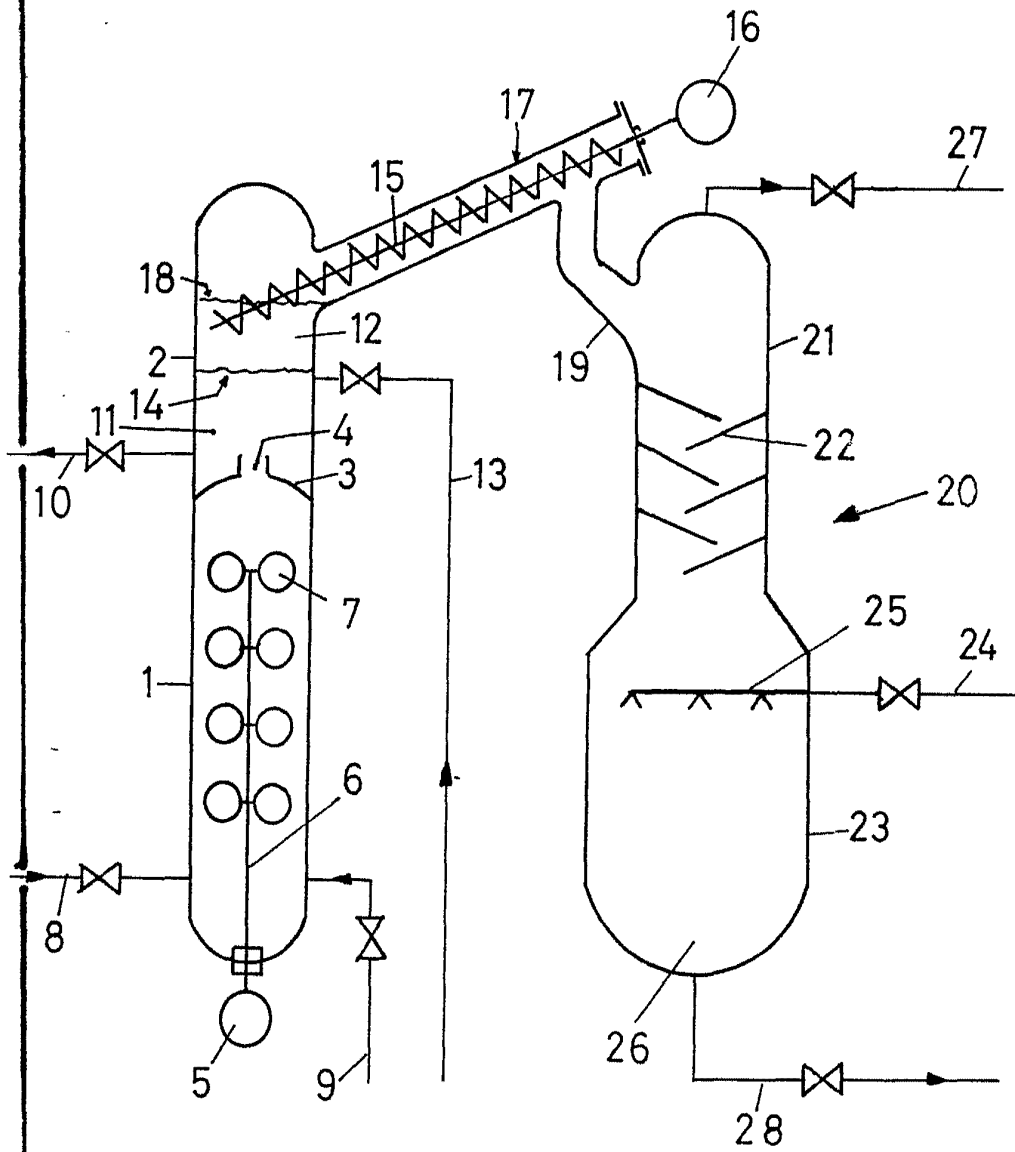


FIG.1

Alberto de la Cruz  
Por Poder

401429

-4 A

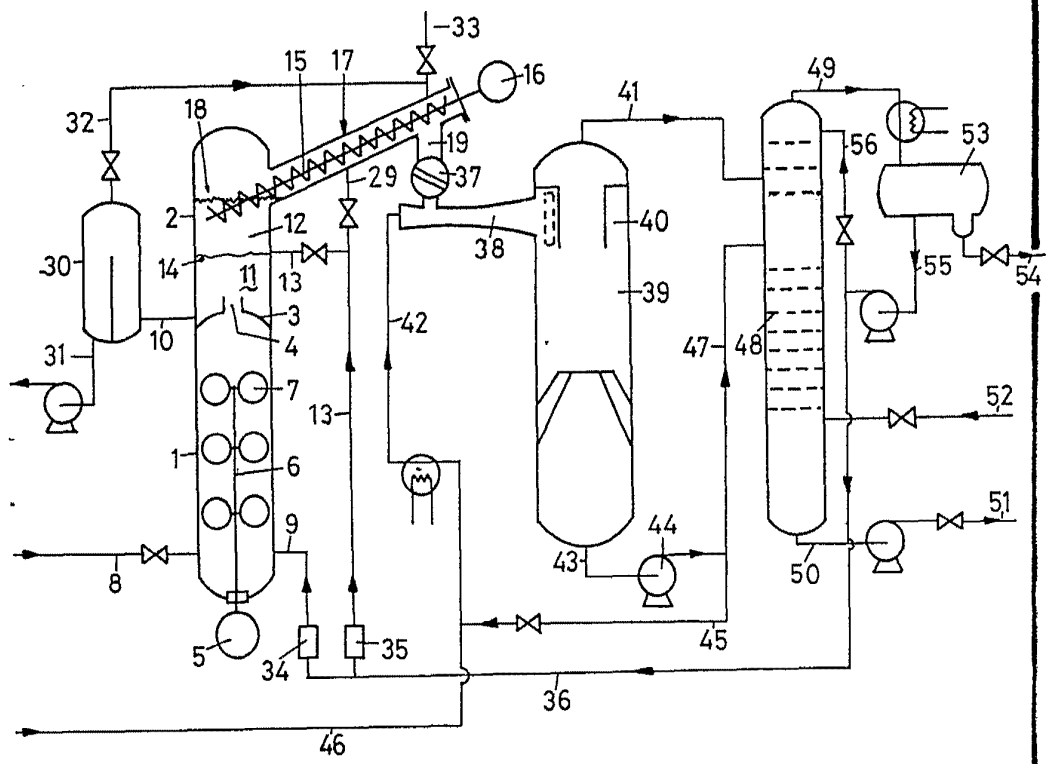


FIG. 2

Albert G. ...  
For Patent

401429

15034

-4 APR 1952

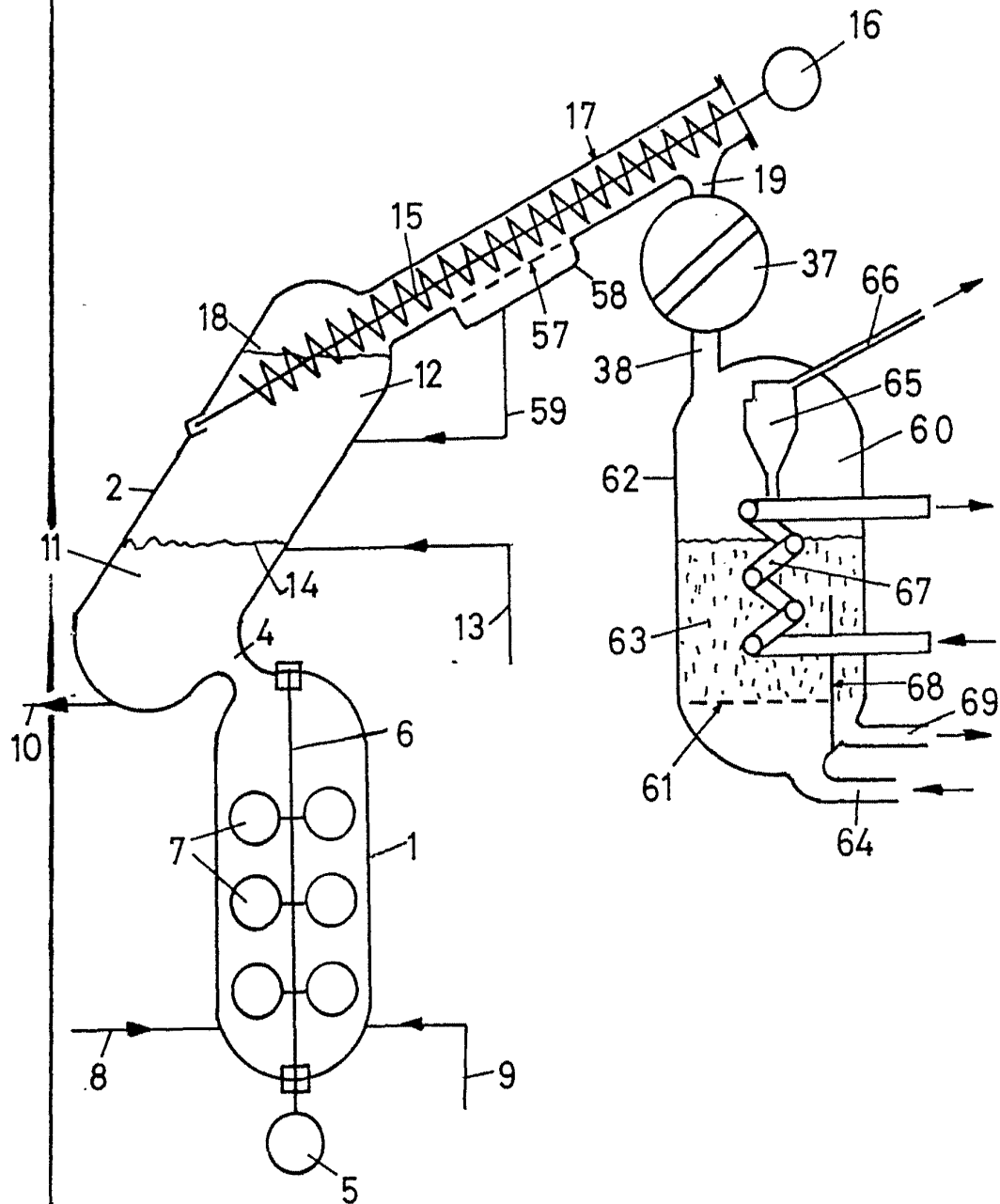


FIG. 3

Attestation  
Per Part