

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

⑩ ES	⑪	NUMERO	⑬ A 1
	⑫	441.517	
	⑭	FECHA DE PRESENTACION	
		4-10-75	

PATENTE DE INVENCION

P.- 61.405

51454 + 51454.54

⑮ PRIORIDADES:	⑯ FECHA	⑰ PAIS
⑱ NUMERO		

⑲ FECHA DE PUBLICIDAD	⑳ CLASIFICACION INTERNACIONAL	㉑ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B015	

㉒ TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO DE REACCION QUIMICA A TEMPERATURA ELEVADA"

㉓ SOLICITANTE (S)
THAGARD TECHNOLOGY COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
2712 Kelvin Avenue, Irvine, California 92705, Estados Unidos de América

㉔ INVENTOR (ES)
Edwin Matovich

㉕ TITULAR (ES)

㉖ REPRESENTANTE
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ

La presente invención se refiere a reactores de pared fluida para procedimientos de reacción química a temperatura elevada, así como a los diversos procedimientos que pueden realizarse en tales reactores, muchos de cuyos procedimientos han sido con anterioridad imposibles de llevar a la práctica o sólo teóricamente posibles. Tanto el reactor de pared fluida como los procedimientos empleados en tales reactores, utilizan acoplamiento de radiación como fuente de calor, mantienen las reacciones químicas consideradas en aislamiento en el interior de una capa o envolvente de fluido de protección, fuera del contacto con las superficies del reactor en el que tiene lugar la reacción, y proporcionan una pantalla térmica que encierra sustancialmente los medios de calentamiento por energía radiante y la zona de reacción de tal manera que define una "cavidad de cuerpo negro". Tal como se utiliza en esta memoria, debe entenderse generalmente que el término "cavidad de cuerpo negro" denota un espacio que está confinado sustancialmente por una o varias superficies y del cual, idealmente, no puede escapar radiación alguna. Dentro del contexto del presente reactor, la pantalla térmica constituye la superficie o superficies confinantes de la "cavidad de cuerpo negro" y el material del que está fabricada la pantalla térmica se comporta como un aislador inhibiendo la transmisión de calor desde el interior de la "cavidad de cuerpo negro", y tiene

, que ser capaz de soportar las temperaturas generadas por la fuente de calor de acoplamiento de radiación.

#### ANTECEDENTES DE LA INVENCION

5

En la actualidad se emplean reactores de temperatura elevada para llevar a cabo reacciones de pirólisis, termolisis, disociación, descomposición y combustión, tanto de compuestos orgánicos como inorgánicos. Sustancialmente todos los reactores citados transfieren calor a las sustancias reaccionantes por convección y/o conducción, pero esta característica produce inherentemente dos problemas fundamentales que limitan la naturaleza y el alcance de las reacciones que pueden llevarse a cabo. Ambos problemas provienen del hecho de que en un reactor convencional que transfiere calor a las sustancias reaccionantes por convección, la temperatura más alta del sistema se localiza necesariamente en la interfase entre la pared interior del reactor y la corriente de sustancias reaccionantes.

15  
20

El primer problema implica las limitaciones en cuanto a temperaturas de reacción disponibles que vienen impuestas por la resistencia a temperaturas elevadas de los materiales para paredes de reactor conocidos. La capacidad decreciente de tales materiales para mantener su integridad en condiciones de temperatura creciente es por supuesto,

25

bien conocida. No obstante, puesto que es necesario que  
tales materiales se calienten a fin de que pueda transfe-  
rirse energía térmica a la corriente de sustancias reaccio-  
nantes, las temperaturas disponibles para la reacción han  
5 venido limitadas por la temperatura a la que pueda calen-  
tarse la pared del reactor en condiciones de seguridad.  
Este factor es particularmente crítico en aquellos casos en  
los que la reacción que se considera o bien ha de tener  
lugar a presiones elevadas o bien produce dichas presiones  
10 elevadas.

El segundo problema resulta inherentemente tan-  
to del hecho de que la pared de un reactor convencional se  
encuentra a la temperatura más alta del sistema, como del  
hecho de que la transmisión de calor convectiva/conductiva  
15 requiere contacto entre la pared y la corriente de sustan-  
cias reaccionantes. Por encontrarse a tal temperatura ele-  
vada, la pared del reactor es una zona ideal, si no la más  
deseable, del sistema, y en muchos casos, los productos de  
reacción se acumularán y crecerán sobre la pared. Tal acu-  
mulación deteriora la aptitud del sistema para transferir  
20 calor a las sustancias reaccionantes, y esta impedancia  
térmica que aumenta continuamente requiere que la tempera-  
tura de la fuente de calor se eleve progresivamente lo pre-  
ciso para mantener el régimen inicial de transmisión de ca-  
lor hacia la corriente de sustancias reaccionantes. Eviden-  
25

temente, a medida que aumenta la acumulación, la temperatura requerida de la fuente de calor podrá llegar, en un momento dado, a sobrepasar las capacidades del material de la pared del reactor. Además, como se requiere energía adicional para mantener la reacción, el procedimiento se hace menos eficiente tanto en el sentido técnico como en el económico. Así, en el punto en que la reacción considerada ya no puede mantenerse, sobre la base de la transmisión del calor, de la resistencia de los materiales, o de consideraciones económicas, el sistema tiene que pararse y limpiarse.

Usualmente, la limpieza se realiza mecánicamente por rascado de la pared del reactor, o químicamente por combustión de los depósitos. En algunos procedimientos continuos, se ha intentado rascar la pared del reactor mientras transcurre la reacción. Sin embargo, la propia herramienta de rascado llega a calentarse inevitablemente, se convierte en un foco de reacción y, después de ello, tiene que limpiarse a su vez. En cualquier caso, este tiempo de parada representa una pérdida económica sustancial. En muchos casos, se instalará un segundo sistema con el fin de reducir al mínimo el tiempo de producción perdida. No obstante, tal equipo adicional representa por lo general una inversión importante de capital. Algunos reactores químicos de temperatura elevada incluyen un tubo que se calienta a

una temperatura a la que sus paredes interiores emiten suficiente energía radiante para iniciar y mantener la reacción. Sin embargo, como en el caso de los reactores conductivos y convectivos, para aquellas reacciones en las que se forman productos sólidos, se produce con frecuencia una acumulación indeseable de productos en las paredes del tubo, que conduce a una reducción de la transmisión de calor e incluso a la obstrucción del tubo.

El reactor descrito en la patente de los EE.UU. No. 2926073 está designado para producir negro de humo e hidrógeno por pirólisis de gas natural. El procedimiento es, según se afirma, continuo, pero en la práctica, el principio de transmisión de calor por convección con arreglo al cual opera el reactor causa graves problemas tanto de mantenimiento como de control de la reacción. Como los tubos calentados del reactor son focos de reacción ideales, invariablemente se acumula carbono y eventualmente puede llegar a obstruir el sistema. Más grave, no obstante, es el problema de embalamiento térmico que puede dar como resultado explosiones. Con respecto a esta condición, se ha determinado que durante la pirólisis del gas natural, la conductividad térmica de la fase gaseosa aumenta repentinamente desde aproximadamente 5 a 30 veces, dependiendo de la composición del gas. Como las temperaturas en un reactor convencional de tipo convectivo no pueden regularse con la

velocidad y la exactitud suficientes para compensar este fenómeno, en algunos casos el sistema se haría inestable y podrían producirse explosiones. Tales condiciones son inherentes en los reactores convencionales y, hasta ahora, no se ha encontrado procedimiento alguno para resolver este problema.

La patente de los EE.UU. Nº. 3565766 representa un intento reciente para mejorar la calidad de la hulla por pirólisis. El sistema descrito comprende una serie de recipientes de acero hueco que actúan como lechos fluidizados de etapa múltiple a temperaturas progresivamente crecientes que llegan hasta aproximadamente 871°C. La fluidización a temperaturas más bajas se consigue por medio de un gas inerte que puede suministrar a su vez calor, aun cuando se considera calentamiento procedente del exterior. A las temperaturas más altas, la fluidización se consigue por medio del gas de cabeza obtenido en la etapa final; y, en dicha etapa final, la temperatura se mantiene por combustión interna del carbón residual en el seno de aire u oxígeno. Debido a que se basa primariamente en la transmisión de calor por convección, este sistema se ve sometido a muchos de los defectos y desventajas que se han expuesto con anterioridad.

El aparato para la fabricación de negro de humo descrito en la patente de los EE.UU. Nº 2062358 incluye

un tubo poroso dispuesto en el interior de una cámara de calentamiento. Se dirige el gas caliente procedente de un horno alejado al interior de la cámara, y después de ello se ve impulsado a través de la pared del tubo poroso para mezclarse con las sustancias reaccionantes. Así, solamente se emplea transmisión de calor por convección desde un fluido hasta las sustancias reaccionantes. Esto, junto con la ausencia de una "cavidad de cuerpo negro" exige el flujo de un gran volumen de fluido a través de la cámara de calentamiento con el fin de compensar las pérdidas de calor.

La patente de los EE.UU. Nº 2769772 describe un reactor para tratamiento en caliente de materiales fluidos tales como hidrocarburos que incluye dos tubos concéntricos dispuestos en un horno calentado por llama. Las sustancias reaccionantes fluyen axialmente a través del tubo concéntrico interior, que es permeable. Un gas portador de calor que fluye por el interior de la cámara anular comprendida entre los tubos concéntricos se calienta por contacto con la pared exterior. Los fluidos contenidos en el tubo interior se calientan por convección cuando el gas portador de calor atraviesa la pared permeable y se mezcla con ellos. Se evita expresamente la transmisión de calor radiante. De hecho, es imposible calentar el tubo interior sin calentar simultáneamente el tubo exterior a una

temperatura, como mínimo, tan alta como la de aquél.

El horno de cracking de combustión en superficie, de la patente de los EE. UU. Nº 2436282, emplea el principio de gas portador de calor por convección, similar al de la patente de los EE.UU. Nº 2769772. El horno incluye un tubo refractario poroso rodeado por una camisa. Un fluido combustible procedente de una cámara anular se ve forzado a pasar a través de la pared porosa hasta el interior del tubo, donde aquél entra en ignición. Es evidente, sin embargo, que el fluido combustible contenido en la cámara anular explotará a no ser que el mismo se vea forzado a atravesar la pared porosa a una velocidad mayor que la velocidad de propagación de la llama hacia atrás a través de la pared. Análogamente, la temperatura en el interior de la cámara anular tiene que mantenerse por debajo de la temperatura de ignición de la mezcla gas/aire. Los productos de la combustión de la llama de superficie se mezclan con las sustancias reaccionantes en el horno, diluyéndose y reaccionando posiblemente con ellas. Se imparte calor a las sustancias reaccionantes mediante mezclado por convección de los productos de la combustión y dichas sustancias reaccionantes.

Las patentes de los EE.UU. Núms. 2670272; 2670275; 2750260; 2915367; 2957753; y 3499730, describen cámaras de combustión para la producción de dióxido de ti-

5           titanio utilizado como pigmento por combustión de tetracloro-  
          ruro de titanio en oxígeno. En la patente 2670275, que es  
          representativa de este grupo, se quema el tetracloruro de  
          titanio en un tubo refractario poroso. Un gas inerte se di-  
10           funde continuamente a través del tubo poroso pasando al in-  
          terior de una cámara de combustión en la que aquél forma  
          una capa protectora sobre la superficie interior del tubo.  
          Esta capa protectora gaseosa reduce sustancialmente la ten-  
          dencia de las partículas de dióxido de titanio a adherirse  
15           a las paredes del reactor. Como la combustión del tetracloro-  
          ruro de titanio es una reacción exotérmica, no se hace pro-  
          visión alguna para suministrar calor a la mezcla de reac-  
          ción a medida que ésta atraviesa el tubo. De hecho, la pa-  
          tente 2670275 afirma que es ventajoso eliminar calor de la  
20           cámara del reactor bien sea por exposición del conjunto del  
          tubo poroso a la atmósfera, o bien por circulación de un  
          fluido refrigerante a través de un serpentín dispuesto al-  
          rededor del tubo poroso.

20

#### RESUMEN DE LA INVENCION

          En el presente procedimiento de reacción quími-  
          ca a temperatura alta, se genera una envoltura anular de un  
          fluido inerte que es sustancialmente transparente a la ra-  
25           diación; la envoltura tiene una longitud axial sustancial.

23-9-75

- 10 -

A continuación, se hace pasar al menos una sustancia reaccionante a través del núcleo de la envoltura a lo largo de una trayectoria previamente determinada que es sustancialmente coincidente con el eje de la envoltura, confinándose las sustancias reaccionantes dentro de dicha envoltura. Después de haberse iniciado el flujo de sustancias reaccionantes, se dirige energía radiante de alta intensidad a través de la envoltura de tal modo que coincida al menos con una porción de la trayectoria de las sustancias reaccionantes. Se absorbe en el núcleo suficiente energía radiante para elevar la temperatura de las sustancias reaccionantes a un nivel requerido para que se inicie la reacción química deseada.

En el supuesto de que las sustancias reaccionantes sean por sí mismas transparentes a la energía radiante, se introduce un blanco absorbente en la corriente de sustancias reaccionantes. Dicho objetivo absorberá suficiente energía radiante para hacer que se eleve la temperatura en el núcleo al nivel deseado. En algunos casos, sin embargo, si bien las sustancias reaccionantes son transparentes a la radiación, uno o más de los productos de la reacción será absorbedor de la radiación. En tal caso, una vez que se ha iniciado la reacción, puede extraerse el blanco y continuarse la reacción. Un ejemplo de tal reacción es la pirólisis del metano a carbono e

hidrógeno.

5 Algunas reacciones se invertirán bien sea parcial o completamente si los productos de reacción no se enfrían inmediata y rápidamente. En tales casos, se considera adicionalmente que la refrigeración de los productos de la reacción y de cualesquiera objetivos remanentes se lleve a cabo inmediatamente después de completada la reacción deseada, a fin de prevenir tales reacciones químicas indeseables.

10 El reactor de pared fluida para temperatura alta de la presente invención transfiere sustancialmente la totalidad del calor requerido a las sustancias reaccionantes por acoplamiento de radiación. Ciertas realizaciones del reactor comprenden un tubo que tiene un extremo de  
15 entrada y otro de salida, definiendo el interior del tubo una cámara de reactor. Medios para introducir un fluido inerte en la cámara del reactor proporcionan una capa de protección para la superficie radialmente interior del tubo del reactor. Medios para la introducción de al menos una  
20 sustancia reaccionante en la cámara del reactor a través del extremo de entrada hacen que tales sustancias reaccionantes se dirijan en una trayectoria previamente determinada axialmente con respecto al tubo del reactor. La capa de fluido inerte confina las sustancias reaccionantes en una  
25 posición sustancialmente central en el interior de la cámara

ra del reactor y fuera del contacto con el tubo del reactor. Se genera energía radiante de alta intensidad y se dirige hacia el interior de la cámara del reactor para coincidir con al menos una porción de la trayectoria de las sustancias reaccionantes, siendo absorbida suficiente energía radiante para elevar la temperatura de las sustancias reaccionantes a un nivel requerido para que se inicie la reacción química deseada. Otra realización del reactor comprende un tubo que tiene un extremo de entrada y un extremo de salida, definiendo al menos una porción del interior del tubo una zona de reacción; el tubo del reactor está hecho de una estructura de un material refractario fibroso capaz de emitir suficiente energía radiante para elevar la temperatura de las sustancias reaccionantes en el interior de la zona de reacción a un nivel requerido para iniciar y mantener la reacción química deseada. Dicha estructura tiene una multiplicidad de poros de un diámetro tal que permiten un flujo uniforme de cuantía suficiente del fluido inerte que es sustancialmente transparente a la energía radiante a través de la pared del tubo para constituir una capa de protección para la superficie radialmente interior del tubo del reactor. Un recipiente tubular de presión, estanco a los fluidos, confina el tubo del reactor para definir una cámara de sobrepresión del fluido inerte entre el tubo del reactor y el

recipiente de presión, estando los extremos de entrada y salida del tubo del reactor aislados herméticamente de la cámara de sobrepresión. El recipiente de presión tiene al menos una entrada para admitir el fluido inerte que se dirige bajo presión al interior de la cámara de sobrepresión y a través de la pared del tubo poroso al interior de la zona de reacción. El reactor incluye también medios para introducir al menos una sustancia reaccionante en el interior de la zona de reacción a través del extremo de entrada del tubo del reactor. Después de ello, las sustancias reaccionantes se dirigen en una trayectoria previamente determinada axialmente con respecto al tubo del reactor, y son confinadas por la capa de protección en una posición sustancialmente central en el interior de la zona de reacción y fuera de contacto con la pared interior del tubo del reactor. Al menos un elemento de calentamiento eléctrico está dispuesto en el interior de la cámara de sobrepresión y separado radialmente hacia el exterior del tubo del reactor para calentar dicho tubo del reactor al nivel de temperatura al cual éste emita suficiente energía radiante para iniciar y mantener la reacción química deseada. La energía radiante se dirige al interior de la zona de reacción sustancialmente en coincidencia con al menos una porción de la trayectoria de las sustancias reaccionantes. Está dispuesta una pantalla tér-

5 mica en el interior del recipiente de presión, que confi-  
na sustancialmente los elementos de calentamiento y la  
zona de reacción definiendo una "cavidad de cuerpo ne-  
gro". La pantalla térmica refleja la energía radiante ha-  
cia el interior, dirigiéndola hacia la zona de reacción.

10 En contraste con los reactores convectivos  
convencionales, la presente invención está basada en el  
acoplamiento de radiación para transferir calor a la co-  
rriente de sustancias reaccionantes. La cantidad de calor  
transferida es independiente tanto del contacto físico en-  
tre la pared del reactor y la corriente como del grado de  
mezclado turbulento en dicha corriente. La consideración  
primaria para la transmisión de calor en el presente sis-  
15 tema es el coeficiente de absorción de radiación ( $\alpha$ ) de  
las sustancias reaccionantes. La capa de fluido inerte que  
protege la pared del reactor es deseablemente sustancial-  
mente transparente a la radiación y exhibe en consecuencia  
un valor muy bajo de  $\alpha$ . Esto hace posible que se trans-  
fiera energía radiante a través de la capa de protección a  
20 la corriente de sustancias reaccionantes con pérdidas esca-  
sas o nulas de energía. Idealmente, o bien las sustancias  
reaccionantes propiamente dichas o un medio de sustancia  
objetivo exhibirán valores elevados de  $\alpha$  y absorberán por  
tanto cantidades grandes de energía, o alternativamente,  
25 las sustancias reaccionantes pueden hallarse finamente di-

vididas (como en una niebla) de tal modo que la radiación sea absorbida al verse atrapada entre las partículas. Como aquellos materiales que son buenos absorbentes son también por regla general buenos emisores de radiación, cuando las sustancias reaccionantes o los blancos se calientan a una temperatura suficientemente alta, los mismos se convierten en radiadores secundarios que re-irradian energía a través de la totalidad del volumen reaccionante y mejoran adicionalmente las características de transmisión de calor del sistema. Esto ocurre casi instantáneamente, por lo que se requiere un control preciso y rápido. Además, el fenómeno de re-irradiación que asegura un calentamiento rápido y uniforme de las sustancias reaccionantes es completamente independiente del grado de mezclado turbulento que pueda existir en el seno de la corriente de sustancias reaccionantes.

El presente procedimiento químico para temperatura elevada y el aparato para el mismo proporcionan una solución a los problemas que han constituido grandes inconvenientes en la técnica y permiten así la realización de reacciones que hasta ahora han sido imposibles de llevar a la práctica o sólo teóricamente posibles. Dado que el calor es suministrado por acoplamiento de radiación más bien que por convección y/o conducción, la temperatura de la corriente de sustancias reaccionantes pue-

de ser independiente tanto de la temperatura de la pared del reactor como de la condición de la corriente de sustancias reaccionantes, y se resuelve así el grave problema de la resistencia de los materiales. Dos realizaciones del presente reactor consideran de hecho que se enfríe la pared del reactor; las realizaciones tercera y cuarta, aun cuando proporcionan una pared calentada como fuente de energía radiante, no están sometidas a las altas presiones que se alcanzan normalmente en muchas clases de reacciones. Por esta razón, pueden emplearse de modo satisfactorio materiales refractarios tales como carbono u óxido de torio, que no son adecuados para uso como material de pared en un reactor convencional. En comparación con las aleaciones más refractarias, que funden a aproximadamente 1593°C, el óxido de torio, por ejemplo, puede prestar un buen servicio a temperaturas mayores que 2982,2°C. Esta característica permite que se alcancen temperaturas de reacción que exceden con mucho de las que pueden alcanzarse en la actualidad y puedan llevarse a cabo reacciones que habían sido sólo teóricamente posibles.

La tela de carbono, que es el material refractario preferido para una realización del presente tubo del reactor, es relativamente poco costosa, fácilmente asequible, y puede conformarse en tubos de reactor sustancialmente mayores que los de carbono poroso colado utilizables

en la actualidad. Como la tela de carbono es normalmente flexible, cualquier intento para forzar un gas inerte radialmente hacia el interior a través de un tubo de reactor de tal material ocasionaría de ordinario el aplastamiento del tubo. De acuerdo con ello, la presente invención considera la deposición de una capa de grafito pirolítico sobre la tela para conferirle una rigidez suficiente para resistir el gradiente de presión mantenido entre la cámara de sobrepresión del fluido inerte y la zona de reacción. La deposición de una capa de grafito pirolítico sobre la tela permite también el control de la porosidad de la estructura.

La provisión de la capa protectora de fluido inerte, que se hace posible en gran parte gracias al uso del acoplamiento de radiación, aísla la pared del reactor de la corriente de sustancias reaccionantes y hace que sea imposible en condiciones de operación normales que se acumulen precipitados de cualquier tipo u otros depósitos, y lleguen a obstruir el sistema. En el caso de que vaya a utilizarse un fluido de protección corrosivo tal como vapor de agua, las superficies del tubo del reactor, los elementos de calentamiento y la pantalla térmica que se mantienen a temperaturas altas y en contacto con el gas de protección cuando el reactor está en funcionamiento pueden revestirse con una capa delgada de óxido refractario tal

como óxido de torio, óxido de magnesio u óxido de zirconio. El óxido refractario se puede depositar sobre estas superficies calentando el reactor a una temperatura superior a la de disociación de un compuesto volátil que contenga el metal, introduciendo este compuesto en la cámara del reactor y dejando que el mismo se disocie, depositándose así una capa de metal sobre las superficies calentadas. Después de ello, un gas u otro material adecuado tal como oxígeno molecular puede introducirse en la cámara del reactor para oxidar la capa de metal, formándose el óxido refractario deseado. Alternativamente, el revestimiento refractario puede lograrse en una sola etapa si se emplea un compuesto volátil que contiene metal que se pirolíce directamente a un óxido, como agente de deposición del refractario.

El uso de acoplamiento de radiación hace posible, además, el control exacto y casi instantáneo de las velocidades de transmisión de calor, lo cual es imposible de conseguir en un reactor de convección convencional. Adicionalmente, el presente reactor puede proporcionar una densidad de potencia en el foco de reacción que excede de 10.000 wátios/cm<sup>2</sup>. Una realización que es adecuada para fines comerciales en gran escala ha alcanzado una densidad de potencia de aproximadamente 180 wátios/cm<sup>2</sup>. Incluso esta cifra menor representa una gran mejora sobre los 2 a 3

watios/cm<sup>2</sup> que se obtienen corrientemente en los reactores convencionales. Y el empleo de una pantalla térmica que proporciona la superficie o superficies que limitan una cavidad de cuerpo negro dentro de la cual tienen lugar todas las reacciones hace que sea posible alcanzar eficiencias térmicas extraordinariamente favorables.

Las reacciones que se pueden llevar a cabo por el procedimiento de esta invención tal como se materializa ésta por el presente reactor son muchas y variadas. Por ejemplo, compuestos orgánicos, en particular hidrocarburos, pueden pirolizarse para producir carbono e hidrógeno sin los problemas concomitantes de acumulación y de embalamiento térmico que se presentaban en la técnica anterior. Los hidrocarburos saturados se pueden pirolizar parcialmente para obtener hidrocarburos insaturados; así, por ejemplo, propano y etano pueden deshidrogenarse a propileno y etileno, respectivamente. Los hidrocarburos insaturados se pueden pirolizar parcialmente en presencia de hidrógeno para formar hidrocarburos saturados y, más específicamente, los productos de petróleo se pueden craquear térmicamente. Así, el gasoil se puede convertir fácilmente en dieseloil, queroseno, fracciones de gasolina o incluso metano. Se pueden añadir compuestos intermedios halogenados a los hidrocarburos parcialmente pirolizados para producir compuestos de peso molecular más alto. Los hidrocarburos

5 pueden pirolizarse de modo completo o incompleto en presencia de vapor de agua para formar monóxido de carbono e hidrógeno; después se puede añadir hidrógeno adicional y llevarse a cabo la reacción para formar hidrocarburos de la serie de los alcanos, que son gases combustibles de alto poder-calorífico.

10 Análogamente, se pueden pirolizar compuestos inorgánicos. Por ejemplo, sales u óxidos de hierro, mercurio, plata, wolframio y tántalo, entre otros, se pueden disociar para obtener metales puros. Óxidos de hierro, níquel, cobalto, cobre y plata, para nombrar unos cuantos, pueden reducirse directamente en presencia de hidrógeno con el mismo resultado. Esta lista no trata en modo alguno de ser exhaustiva.

15 Por el presente procedimiento se pueden producir también productos compuestos nuevos. Por ejemplo, se pueden obtener partículas de carbono o de talco revestidas con carburo de silicio. Este producto sirve como un abrasivo excelente debido a que, a medida que se utiliza, se fragmenta continuamente y forma nuevas superficies afiladas. Las  
20 partículas de ciertos elementos tales como  $U^{235}$  pueden encapsularse también en una envoltura estanca químicamente de otro material tal como carbono; este producto particular es útil como elemento combustible para reactores nucleares.

25 Se considera adicionalmente que la presente in-

5 ,vención puede proporcionar la etapa terminal en la incine-  
ración aerobia convencional de residuos tales como basuras  
y aguas de alcantarillado. Las temperaturas relativamente  
bajas encontradas en las técnicas actuales de tratamiento  
por incineración permiten la formación de peróxidos orgá-  
nicos y óxidos de nitrógeno que contribuyen de modo impor-  
tante a la niebla fotoquímica espesa y oscura y a otras  
formas de contaminación del aire. Puesto que tales com-  
puestos no son estables a las temperaturas de tratamiento  
10 más altas permitidas por la presente invención, se puede  
obtener un efluente de incineración de los residuos que  
tiene un contenido muy bajo de contaminantes.

Adicionalmente, la presente invención conside-  
ra la destilación y/o disociación destructivas anaerobias  
15 a temperatura alta de los residuos para obtener productos  
útiles tales como negro de humo, carbón vegetal activado,  
hidrógeno, y desperdicios de vidrio, para citar unos cuan-  
tos. La adición de vapor de agua a tales residuos produci-  
rá monóxido de carbono e hidrógeno, los cuales pueden so-  
20 meterse luego a tratamiento de la manera convencional pa-  
ra obtener gases combustibles. Finalmente, la adición de  
hidrógeno a tal residuo producirá aceites pesados equiva-  
lentes a los de petróleo y otros productos de petróleo.  
Así pues, se pueden lograr reducciones sustanciales en la  
25 contaminación del aire así como beneficios económicos im-

portantes por medio de las aplicaciones de la presente invención consideradas.

5 La presente invención representa un avance fundamental en la técnica. Dado que hace asequible por vez primera una fuente de energía térmica que nunca se ha utilizado de esta manera, sus aplicaciones potenciales son numerosas y variadas. Además, al resolver el problema de la resistencia de los materiales que ha constituido un serio obstáculo para la técnica durante muchos años, esta  
10 invención hace posible en el sentido práctico muchas reacciones químicas útiles que se conocen desde hace largo tiempo pero que no habían podido llevarse a la práctica debido a limitaciones de temperatura inherentes a los reactores que dependían de transmisión de calor por con-  
15 vención y/o conducción.

#### DESCRIPCION BREVE DE LOS DIBUJOS

20 La FIG. 1 es un alzado en corte parcial de una realización del reactor de la presente invención;

la FIG. 2A es un alzado en corte del extremo de entrada de una segunda realización del reactor de la presente invención;

25 la FIG. 2B es un alzado en corte del extremo de salida de la segunda realización del reactor de la pre-

5 presente invención; las FIGS. 2A y 2B representan mitades de una estructura integral que se ha dividido a lo largo de la línea A-A con el fin de proporcionar una ilustración de tamaño suficiente para que muestre claramente ciertos detalles estructurales;

10 la FIG. 2C es una perspectiva en corte parcial de la segunda realización del reactor de la presente invención en la que ciertos elementos se han eliminado o se ilustran en forma diagramática para exponer de modo más claro el funcionamiento del reactor;

la FIG. 3 es un corte realizado sustancialmente a lo largo de la línea 3-3 de la FIG. 2A;

la FIG. 4 es un corte realizado sustancialmente a lo largo de la línea 4-4 de la FIG. 2B;

15 la FIG. 5 es un corte realizado sustancialmente a lo largo de la línea 5-5 de la FIG. 2A;

la FIG. 6 es una perspectiva de una porción de los medios de calentamiento del tubo del reactor de la segunda realización de la presente invención;

20 las FIGS. 7A, 7B, 7C, y 7D constituyen, juntas, un alzado compuesto en corte parcial del reactor de la presente invención; la estructura integral del reactor se ha dividido a lo largo de las líneas A-A, B-B y C-C, respectivamente, con objeto de proporcionar una ilustración de tamaño suficiente para mostrar con claridad ciertos de-

25

detalles estructurales;

la FIG. 8 es un corte realizado sustancialmente a lo largo de la línea 8-8 de la FIG. 7A;

5 la FIG. 9 es un corte realizado sustancialmente a lo largo de la línea 9-9 de la FIG. 7B;

la FIG. 10 es un corte realizado sustancialmente a lo largo de la línea 10-10 de la FIG. 7B;

la FIG. 11 es un corte realizado sustancialmente a lo largo de la línea 11-11 de la FIG. 7C;

10 la FIG. 12 es un corte realizado sustancialmente a lo largo de la línea 12-12 de la FIG. 7C;

la FIG. 13 es un alzado en corte de un conjunto de tratamiento posterior a la reacción de una realización alternativa del reactor de la presente invención;

15 las FIGS. 14A y 14B, juntas, constituyen un alzado compuesto en corte parcial de un conjunto de entrada de una realización alternativa de la presente invención; la estructura integral del conjunto de entrada se ha dividido a lo largo de la línea D-D con objeto de proporcionar una ilustración de tamaño suficiente para que exhiba con claridad ciertos detalles estructurales.

20 La FIG. 15 es una vista esquemática en alzado de un reactor de la presente invención en combinación con aparatos para el pretratamiento y la introducción de sustancias reaccionantes sólidas en un conjunto de entrada

25

del reactor de la presente invención;

la FIG. 16 es una representación esquemática que ilustra los sistemas de revestimiento refractario y ataque químico del reactor de la presente invención;

5 la FIG. 17 es un diagrama esquemático del circuito de regulación de temperatura del reactor de la presente invención;

la FIG. 18 es una representación gráfica de la resistencia eléctrica de un elemento de calentamiento del reactor de la presente invención en función de la temperatura y del número de capas de estructura refractaria que constituyen tal elemento; y

10 la FIG. 19 es una representación esquemática que ilustra el funcionamiento de los diversos sistemas de control del reactor de la presente invención.

#### DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

Haciendo referencia específicamente a la FIG. 1, una primera realización del presente reactor químico 20 10 para temperatura alta comprende un tubo de reactor 11 que tiene un extremo de entrada 12 y un extremo de salida 14. El tubo del reactor 11 incluye una pared interior 15 y una pared exterior 16 que definen un canal anular entre 25 ambas, y el interior del tubo 11 constituye una cámara de

reactor 17. El tubo 11 está hecho de un material que es prácticamente transparente a la radiación. Materiales adecuados de esta naturaleza que exhiben un coeficiente de absorción  $\alpha$  muy bajo incluyen vidrio, cuarzo, óxido de aluminio sinterizado caliente, óxido de itrio sinterizado caliente, pyrex (un vidrio de borosilicato), vycor (un vidrio de silicato) y zafiro; polímeros orgánicos tales como plexiglass (acrílico), lucita (acrílico), polietileno, polipropileno y poliestireno; y sales inorgánicas tales como los haluros de sodio, potasio, cesio, litio o plomo.

Tal como se utilizan en esta memoria, los términos "energía radiante" y "radiación" tienen por objeto abarcar todas las formas de radiación con inclusión de partículas nucleares ricas en energía o productoras de impactos. Sin embargo, dado que la utilización práctica de tal radiación no es posible en el estado presente de la técnica, la radiación del cuerpo negro u otra radiación electromagnética, en particular de longitudes de onda comprendidas entre aproximadamente 100 micras y 0,01 micras, se considera que es la fuente primaria de energía en la que se basan las consideraciones de diseño.

Durante el funcionamiento del reactor 10 se introduce a través de la entrada 18 un medio fluido que es sustancialmente transparente a la radiación, circula a

lo largo del canal anular para enfriar el tubo del reactor 11, y sale al exterior por la salida 19. Tal medio fluido puede ser un gas o un líquido; fluidos adecuados representativos que tienen coeficientes de absorción  $\alpha$  bajos incluyen agua en estado líquido o gaseoso, agua pesada, nitrógeno, oxígeno y aire.

Los medios para la introducción de un fluido inerte en la cámara del reactor 17 a través de una entrada 20 comprenden difusores laminares primero y segundo 21 y 22, respectivamente, que están dispuestos adyacentes al extremo de entrada 12 del tubo 11. Tales difusores 21 y 22 pueden tener la forma de almas de panal o cualquier otra configuración adecuada que haga que un fluido dirigido a presión a su través fluya de un modo sustancialmente laminar. El fluido inerte se introduce, así pues, sustancialmente en dirección axial en la cámara 17 del reactor para proporcionar una capa de protección de la superficie radialmente interior del tubo 11 del reactor y se recoge para su recirculación a medida que sale por la salida 23. El fluido inerte es sustancialmente transparente a la radiación, por tener un valor  $\alpha$  bajo. Los fluidos que son adecuados para este propósito incluyen gases simples tales como helio, neón, argón, kriptón y xenón; gases complejos que no se descomponen para formar un producto sólido tales como hidrógeno, nitrógeno, oxígeno y amoníaco; y agua en estado

líquido o gaseoso. El término "inerte", tal como se utiliza en esta memoria, implica dos factores: la aptitud del fluido para reaccionar químicamente con el material del tubo 11 del reactor, y la aptitud del fluido para reaccionar químicamente con los materiales que se están tratando. Así, la selección de un fluido de protección "inerte" depende en cada caso del ambiente particular. Excepto que se provea específicamente otra cosa, es deseable que el fluido sea inerte con respecto al tubo del reactor, y usualmente es deseable que el fluido sea inerte con respecto a la reacción que se lleva a cabo. No obstante, se considera que en algunos casos el fluido "inerte" de la capa de protección pueda participar también en la reacción como, por ejemplo, si se hacen reaccionar partículas de hierro o de carbono en presencia de una capa de protección de vapor de agua para producir óxido de hierro e hidrógeno o monóxido de carbono e hidrógeno, respectivamente.

Las sustancias reaccionantes se introducen en la cámara 17 del reactor a través de una entrada 24 situada en el extremo de entrada 12 del tubo 11 del reactor. Las sustancias reaccionantes se dirigen a lo largo de una trayectoria previamente determinada 25 axialmente con relación al tubo 11 del reactor y se ven confinadas por la

capa del fluido inerte de protección sustancialmente en una posición centrada en el interior de la cámara 17 del reactor fuera del contacto con el tubo 11 del reactor.

5 Una fuente de energía radiante de alta intensidad (no representada) está dispuesta en el interior de un reflector pulimentado 31 que está montado en un bastidor 32 en el exterior del tubo 11 del reactor. La fuente de energía radiante puede ser un arco de plasma, un filamento calentado, una llama sembrada, una lámpara  
10 "flash" modulada por impulsos, u otro medio adecuado; un dispositivo de rayos laser puede servir también como fuente pero, hasta el presente, la tecnología de los rayos laser no se ha desarrollado lo suficiente para que resulte económicamente práctica para los fines considerados por  
15 la presente invención. La energía radiante generada por la fuente es recogida por el reflector 31 y se dirige a través del tubo 11 al interior de la cámara 17 del reactor para coincidir con al menos una porción de la trayectoria 25 de las sustancias reaccionantes. De este modo se absorberá suficiente energía radiante para elevar la temperatura de las sustancias reaccionantes hasta un nivel requerido para iniciar y llevar a cabo la reacción química deseada. Como se ha indicado previamente, el tubo 11, el fluido de refrigeración y la capa inerte de protección  
20 son todos ellos sustancialmente transparentes a la energía  
25

radiante. De acuerdo con ello, los mismos no interfieren en una proporción importante con la transmisión de la energía a la corriente de sustancias reaccionantes y permanecen relativamente fríos. Así pues, el tubo 11 del reactor no se ve sometido a un esfuerzo térmico apreciable y permanece exento de precipitados y otros depósitos que normalmente se acumularían.

La exposición anterior presupone que las sustancias reaccionantes propiamente dichas exhiben un coeficiente  $\alpha$  de absorción de la radiación relativamente alto. No obstante, si no es éste el caso, debe introducirse un blanco absorbente de la energía radiante en la cámara 17 del reactor de modo que coincida con al menos un punto a lo largo de la trayectoria 25 de las sustancias reaccionantes. En la realización de la FIG. 1, el blanco es un sólido finamente dividido tal como polvo de carbono u otro material adecuado que entra en la cámara del reactor 17 junto con las sustancias reaccionantes a través de la entrada 24 y absorbe suficiente energía radiante para elevar la temperatura de las sustancias reaccionantes hasta el nivel requerido.

Alternativamente, el blanco puede ser un líquido tal como alquitrán, asfalto, aceite de linaza o dieseloil, y puede incluir soluciones, dispersiones, geles y suspensiones de constitución diversa que pueden se-

leccionarse fácilmente a partir de materiales asequibles para adaptarse a los requisitos particulares. El blanco puede ser un gas que preferiblemente exhiba absorción en el espectro electromagnético desde aproximadamente 100 micras hasta aproximadamente 0,01 micras; tales gases incluyen etileno, propileno, óxidos de nitrógeno, bromo, cloro, yodo, y bromuro de etilo. El blanco puede ser también un elemento sólido hecho de un material tal como carbono que está dispuesto en la cámara 17 del reactor a lo largo de al menos una porción de la trayectoria 25 de las sustancias reaccionantes.

Otros medios para elevar la temperatura de la reacción al nivel requerido pueden incluir un elemento calentado eléctricamente, un arco eléctrico o una llama dispuesta en el interior de la cámara 17 del reactor coincidente con al menos una porción de la trayectoria 25 de las sustancias reaccionantes. En tales casos, la fuente de calor iniciadora de la reacción es autónoma y no se deriva de los medios de generación de la energía radiante. Tales medios son particularmente útiles cuando las sustancias reaccionantes propiamente dichas son transparentes a la radiación pero al menos uno de los productos de la reacción es absorbedor. Así, una vez que se ha iniciado la reacción considerada, los medios de elevación de la temperatura pueden desactivarse, dado que los productos de la

reacción absorberán suficiente energía radiante para que se mantenga la reacción. Análogamente, si se utiliza un medio de blanco puede interrumpirse su empleo o retirarse el mismo una vez que ha comenzado la reacción, por ejemplo mediante funcionamiento de un medio de control 35. Un ejemplo de una reacción en la que se requiere un blanco u otro medio de iniciación solamente al comienzo es la pirólisis del metano para producir carbono e hidrógeno.

10 Como se ha indicado previamente, algunas reacciones pueden invertirse parcialmente o por completo si los productos de la reacción no se enfrían inmediatamente y con rapidez. Para este fin, puede estar provisto un medio 40 de enfriamiento de los productos de la reacción en el interior de la cámara 17 del reactor adyacente al extremo de salida 14 del tubo 11 del reactor. Una realización de tales medios 40 está dispuesta sustancialmente en posición central en el interior de la cámara 17 del reactor e incluye un miembro tubular 41 que tiene un canal interior 42 a través del cual se hace circular un medio refrigerante tal como agua. La superficie radialmente interior del tubo 41 está diseñada de tal modo que constituya un absorbedor de energía radiante. A medida que los productos de la reacción, las sustancias reaccionantes remanentes y los blancos, en su caso, pasan por dentro del tu-

,bo enfriado 41, el calor se transmite rápidamente por acoplamiento de radiación y el sistema se enfría bruscamente de modo efectivo a fin de evitar cualesquiera otras reacciones químicas indeseables.

5                   Haciendo referencia ahora a las FIGS. 2A a 6, inclusive, y en particular a las FIGS. 2A a 2C, una segunda realización del presente reactor 60 comprende un tubo 61 del reactor que tiene un extremo de entrada 62 y un extremo de salida 63; el interior del tubo 61 define  
10 una cámara 65 del reactor. El tubo 61 del reactor está hecho de un material poroso que es capaz de emitir energía radiante; preferiblemente, el diámetro de poro está comprendido en el intervalo de aproximadamente 25,4 a 508 micras a fin de permitir un flujo uniforme de cantidad  
15 suficiente del fluido inerte a través de la pared del tubo para proporcionar una capa de protección adecuada. Otras construcciones de pared tales como tela metálica, y tamices de diversos tipos de perforaciones pueden utilizarse también para proporcionar el resultado deseado.  
20 El tubo 61 del reactor puede estar hecho de materiales tales como grafito, carbono, acero inoxidable sinterizado, wolframio sinterizado, o molibdeno sinterizado, y otros materiales inorgánicos tales como óxidos de torio, magnesio, zinc, aluminio o zirconio, entre otros. Wolframio,  
25 níquel y molibdeno son también adecuados para uso como te-

la metálica o tamiz.

Un recipiente tubular 70 de presión, estanco a los fluidos, que está construido preferiblemente en acero inoxidable, circunda el tubo 61 del reactor. La integridad del recipiente 70 está mantenida por una serie de bridas de cierre hermético 71, 72; 73, 74; y 75, 76, que unen las varias secciones del reactor 60. Las bridas 72, 73 y 76 están además ranuradas para alojar anillos "O" de acero inoxidable 77, 78 y 79, respectivamente, los cuales actúan como cierres herméticos de presión. El tubo 61 del reactor está montado de modo que puede deslizarse por uno de sus extremos dentro de un manguito de grafito 81 que admite cualquier alargamiento del tubo 61 que pueda producirse durante el funcionamiento a temperaturas elevadas.

El recipiente de presión 70 incluye adicionalmente una entrada 83 para admisión de un fluido inerte, que como en el caso de la realización de la FIG. 1, es sustancialmente transparente a la energía radiante. El fluido inerte se dirige en primer lugar a presión hacia el interior de una cámara de sobrepresión 85 que está definida entre el tubo 61 del reactor y la pared del recipiente de presión 70. Después de ello, tal fluido se dirige a través de la pared porosa del tubo 61 hacia el interior de la cámara 65 del reactor para constituir una capa de protec-

ción de la superficie radialmente interior del tubo 61 del reactor.

5 Los medios de enfriamiento del recipiente de presión 70 comprenden serpentines de refrigeración 87 que están dispuestos alrededor de la superficie radialmente exterior del recipiente de presión 70. Los serpentines 87 están cubiertos preferiblemente con un revestimiento de aluminio pulverizado a la llama que mejora el contacto térmico entre el recipiente 70 y los serpentines 87 para  
10 aumentar la eficiencia de la refrigeración. Tales serpentines 87 están dispuestos también alrededor de una abertura de observación 88 que está provista en la pared del recipiente de presión.

15 Como se muestra mejor en las FIGS. 2A y 3, las sustancias reaccionantes se introducen en la cámara 65 del reactor por el extremo de entrada 62 del tubo 61 del reactor. Los medios para introducir las sustancias reaccionantes comprenden una sección de entrada 90 que está montada en relación estanca a los fluidos por medio de bridas 71  
20 y 72 adyacentes al extremo de entrada 62 del tubo 61. Las sustancias reaccionantes son transportadas en una corriente gaseosa a través de la entrada 91, atraviesan un tabique tangencial 92 y entran en una cámara de sobrepresión 93 que está definida entre una pared exterior 94 y un difusor 95. Los materiales adecuados para el difusor 95, cu-  
25

ya función es minimizar la turbulencia en la corriente, incluyen carbono poroso, lana de acero y tamices de malla. Como en el caso de la realización de la FIG. 1, las sustancias reaccionantes se dirigen según una trayectoria predeterminada axialmente con respecto al tubo 61 del reactor y se ven confinadas por la capa de protección sustancialmente en una posición central en el interior de la cámara 65 del reactor y fuera del contacto con la pared interior del tubo del reactor.

10                   En la segunda realización, el tubo 61 del reactor genera por sí mismo la energía radiante de alta intensidad, que se dirige centralmente en el interior de aquél sustancialmente en coincidencia con al menos una porción de la trayectoria de las sustancias reaccionantes. El calentamiento se proporciona por medio de una pluralidad de electrodos de carbono 100a-100f que están dispuestos radialmente en el exterior del tubo 61 y distanciados circunferencialmente alrededor del mismo; el calor generado por los electrodos 100 se transmite al tubo 61 por radiación. En la segunda realización, como se muestra mejor en las FIGS. 2A, 5 y 6, los electrodos 100a y 100b, por ejemplo, están empotrados por un extremo en un elemento 101a de cruce de carbono arqueado; los electrodos 100c y 100d están empotrados en el elemento de cruce 101b; y los electrodos 100e y 100f están empotrados análogamente en el

elemento de cruce 101c. Separadores tubulares de alúmina 102a-102c tienen la función doble de centrar el tubo poroso 61 del reactor y de dividir los tres circuitos. Haciendo referencia específicamente a las FIGS. 2B y 4, cada electrodo de carbono 100a-100f está montado por su otro extremo en un electrodo 104 de barra colectora de cobre. Aun cuando existen seis de tales electrodos 104, sólo se muestra realmente uno de ellos en la FIG. 4 por razones de conveniencia. Cada uno de los electrodos 104 de barra colectora de cobre incluye una brida fenólica 105 y un aislador de cerámica 106. El electrodo 104 está enfriado por agua que circula en un canal interior 107, entrando por la entrada 108 y saliendo por la salida 109. Una conexión eléctrica a una corriente de alta intensidad se ilustra en 110. Un cierre estanco de politetrafluoretileno, 111, ayuda a impedir que se produzcan fugas en el recipiente de presión 70. El sistema eléctrico ilustrado aquí es particularmente adecuado para uso con una fuente de energía trifásica. No obstante, se pueden utilizar otros sistemas cuando las circunstancias lo permitan. Adicionalmente, se considera que el tubo poroso 61 puede calentarse en sí mismo directamente por resistencia eléctrica; en tal caso se pueden eliminar los electrodos 100.

La eficiencia térmica de los medios de calentamiento del tubo se mejora adicionalmente por la provisión

de una pantalla térmica de molibdeno 120 que constituye la superficie que confina la "cavidad de cuerpo negro", reflejando la radiación electromagnética desde los electrodos de carbono 100 hacia el tubo poroso 61. Por cuanto la pantalla térmica 120 refleja el calor en lugar de transmitirlo, se comporta como un aislador y puede por tanto estar hecha de cualquier material que exhiba esta característica y que pueda soportar las temperaturas generadas por los electrodos 100. La pantalla térmica 120 está dispuesta en el interior del recipiente de presión 70 radialmente al exterior de los electrodos 100 y comprende preferiblemente una tira plana de sección transversal rectangular que está enrollada en una serie de vueltas helicoidales. Tal construcción permite que el gas de protección inerte entre a través de la entrada 83 y circule libremente por toda la cámara de sobrepresión 85.

Como en el caso de la realización de la FIG. 1, puede proveerse si se requiere un medio de blanco u otro medio iniciador. Los medios de blanco se introducen en la cámara 65 del reactor por una entrada 121. Asimismo, pueden proveerse medios 125 para enfriar los productos de la reacción, de una construcción como la que se ha descrito previamente, o de cualquier otra construcción adecuada, con el fin de impedir cualesquiera reacciones químicas indeseables que podrían producirse si los productos

de la reacción no se enfriasen inmediatamente después de su formación.

5 La ventaja fundamental de la segunda realización sobre la primera realización consiste en que en la primera, la capa de fluido inerte se introduce en la cámara 65 en un sentido dirigido radialmente hacia el interior, mientras que en la última, la capa de protección se introduce axialmente en la cámara 17. Se apreciará que el flujo laminar puede mantenerse sólo en distancias relativamente cortas antes que la turbulencia ocasione el entremezclado y destruya la integridad de la capa de protección. Como la introducción de la capa radial no requiere el flujo laminar del fluido de la capa de protección, pueden obtenerse longitudes de cámara mucho mayores en los reactores axiales. Todo lo que es preciso hacer en la segunda realización es mantener el nivel absoluto de la presión del fluido inerte mayor que el nivel absoluto de la presión en la corriente de sustancias reaccionantes con el fin de impedir que cualesquiera sustancias reaccionantes y/o productos de la reacción choquen contra el tubo 61 del reactor. Esta característica contribuye a hacer la segunda realización más adecuada para operación comercial en gran escala.

25 Una distinción adicional entre las respectivas realizaciones es que el tubo 11 del reactor de la FIG. 1

está enfriado positivamente mientras que el tubo 61 de la FIG. 2 tiene que calentarse y puede operar a temperaturas que exceden de 2982,2°C como sucede en el caso en que el material base es óxido de torio poroso. Aunque la pared fría es más apta para soportar la presión por el hecho de que no está sometida a esfuerzos térmicos, la pared caliente 61 no está sometida a un gradiente de presión, a excepción quizás de la diferencia de presión relativamente pequeña entre la capa de protección y la corriente de reactivos. La presión está soportada por la pared 70 del recipiente de presión de acero inoxidable, la cual, por supuesto, está enfriada por los serpentines 87 y por tanto no se ve sometida a esfuerzos térmicos. De acuerdo con ello, un material refractario, tal como carbono u óxido de torio, que pueda soportar temperaturas que excedan de las tolerables por los materiales convencionales para paredes de reactor pero que es inadecuado para uso en un reactor convencional de tipo convectivo, puede emplearse ahora por primera vez para proporcionar un sistema práctico para temperatura ultraelevada.

La presente invención considera adicionalmente una tercera realización que combina las características de las dos primeras. De acuerdo con ello, el tubo del reactor puede estar construido de un material poroso que sea sustancialmente transparente a la radiación. Los mate-

5 riales de pared adecuados incluyen, por ejemplo, cuarzo  
poroso, frita de vidrio poroso, y zafiro poroso. Un flui-  
do inerte que sea sustancialmente inerte a la radiación  
puede introducirse así en la cámara del reactor radial-  
mente hacia el interior a través de la pared porosa del  
reactor en lugar de axialmente de modo laminar como se ha  
descrito con respecto a la primera realización. La ener-  
gía radiante se genera, se recoge y se dirige al interior  
de la cámara del reactor también como se ha descrito con  
10 respecto a la primera realización.

La tercera realización proporciona la mayor  
densidad de potencia de la primera realización y la capa  
de fluido de protección inyectada radialmente de la segun-  
da realización. Sin embargo, en la presente situación de  
15 desarrollo, la segunda realización es la más adecuada pa-  
ra aplicaciones comerciales en gran escala, dado que su  
fuente de energía radiante procede del calentamiento ordi-  
nario por resistencias eléctricas. La segunda realización  
es por consiguiente más fácilmente susceptible de puesta  
20 en servicio y de mantenimiento. Además, la segunda reali-  
zación puede prestarse a la realización de la totalidad de  
los procedimientos y reacciones que se consideran en la  
presente invención, sin más que ajustar el tiempo de per-  
manencia de las sustancias reaccionantes en el interior  
25 de la cámara del reactor para compensar la menor densidad

de potencia.

Con referencia a las FIGS. 7A a 15, inclusive, una cuarta realización del presente reactor químico de temperatura alta que representa una mejora de la segunda  
5 realización, comprende en líneas generales un conjunto de entrada 200 y un conjunto de electrodos 300, un conjunto principal 400, y un conjunto de tratamiento posterior a la reacción, 500. Los elementos principales de este reactor incluyen:

10 (A) Un tubo 401 del reactor que tiene un extremo de entrada 402 y un extremo de salida 403; definiendo al menos una porción del interior del tubo 401 una zona de reacción 404. El tubo 401 del reactor está hecho de una estructura de un material refractario fibroso capaz de emitir  
15 suficiente energía radiante para elevar la temperatura de las sustancias reaccionantes en el interior de la zona de reacción 404 hasta el nivel requerido para que se inicie y se mantenga la reacción química deseada. La estructura tiene una multiplicidad de poros de tal diámetro que  
20 permiten un flujo uniforme de cantidad suficiente del fluido inerte que es sustancialmente transparente a la energía radiante a través de la pared del tubo para constituir una capa de protección de la superficie radialmente interior del tubo 401 del reactor.

25 (B) Un recipiente tubular de presión estanco

a los fluidos (que tiene una sección 201 de conjunto de entrada, una sección 301 de conjunto de electrodos, una sección 405 de conjunto principal, y una sección 501 de conjunto de tratamiento posterior a la reacción) aloja  
5 el tubo 401 del reactor definiendo una cámara de sobrepresión 406 del fluido inerte entre el tubo 401 del reactor y el recipiente de presión. Los extremos de entrada y de salida, 402 y 403 respectivamente, del tubo 401 del reactor, están aislados de modo hermético de la cámara de sobrepresión 406. El recipiente de presión tiene una primera entrada 408 y una segunda entrada 409 para admisión del fluido inerte que se dirige a presión hacia el interior de la cámara de sobrepresión 406 y a través de la pared del tubo poroso 401 al interior de la zona de reacción 404.

15 (C) Medios para la introducción de las sustancias reaccionantes, bien sean éstas gaseosas, líquidas, ó sólidas, en la zona de reacción 404 a través del extremo de entrada 402 del tubo 401 del reactor. Las sustancias reaccionantes se dirigen en una trayectoria predeterminada axialmente con respecto al tubo 401 del reactor y están  
20 confinados por la capa de protección sustancialmente en posición central en el interior de la zona de reacción 404 y fuera de contacto con la pared interior del tubo 401 del reactor.

25 (D) Medios eléctricos que incluyen los elemen-

tos de calentamiento 302a, 302b, y 302c, que están dis-  
puestos en el interior de la cámara de sobrepresión 406 y  
separados radialmente en el exterior del tubo 401 del  
reactor para calentar el tubo del reactor al nivel de tem-  
5 peratura al cual éste emita suficiente energía radiante  
para iniciar y mantener la reacción química deseada. La  
energía radiante se dirige al interior de la zona de reac-  
ción 404, en dirección sustancialmente coincidente con al  
menos una porción de la trayectoria de las sustancias  
10 reaccionantes.

(E) Una pantalla térmica 410 que está dispues-  
ta en el interior del recipiente de presión confinando sus-  
tancialmente los elementos de calentamiento 302a, 302b y  
302c y la zona de reacción 404 para definir una cavidad de  
15 cuerpo negro. La pantalla térmica 410 refleja la energía  
radiante hacia el interior hasta la zona de reacción  
404.

#### A. CONJUNTO DE ENTRADA

20  
Haciendo referencia en particular a las FIGS.  
7A y 8, la sección 201 del conjunto de entrada al recipien-  
te de presión es un miembro tubular que tiene bridas prime-  
ra y segunda, 202 y 203, en sus extremos respectivos. Un  
25 bloque 204 de boquilla anular está asegurado a una brida

5 205 anular de cierre hermético que, a su vez, está asegu-  
rada en relación estanca a los fluidos a la primera brida  
202 de la sección 201 del conjunto de entrada al reci-  
piente de presión. Un tubo de entrada 206 del gas de ato-  
mización principal se extiende a través del bloque 204 de  
boquilla anular y está asegurado firmemente al mismo por  
una brida de soporte 207. Un anillo "O" 209 en la brida  
de soporte 207 asegura un cierre estanco a los fluidos en-  
tre el tubo de entrada 206 del gas de atomización princi-  
10 pal y la brida 207. Un adaptador de entrada 210 está ase-  
gurado a un extremo del tubo de entrada 206 del gas de ato-  
mización principal como se muestra en la FIG. 7A. El gas de  
atomización entra en una cámara 211 a través de una entra-  
da 212.

15 Un tubo de entrada 214 de la sustancia reaccio-  
nante líquida principal está dispuesto en el interior del  
tubo de entrada principal 206 del gas de atomización y se  
extiende sustancialmente de modo coextensivo con él. Una  
sustancia reaccionante líquida principal entra en el tubo  
20 214 a través de la entrada 215 existente en el adaptador  
210.

25 Como se muestra mejor en la FIG. 7B, una bo-  
quilla de nebulización 216 está asegurada al extremo de sa-  
lida tanto del tubo de entrada 206 del gas de atomización  
principal como del tubo de entrada 214 de la sustancia reac-

5 cionante líquida principal. La boquilla de nebulización  
216 incluye un anillo de refuerzo tubular 217 que está  
asegurado a la boquilla y dispuesto radialmente por el  
exterior de la misma como se muestra. El eje del anillo  
de refuerzo 217 es sustancialmente paralelo al eje del tu-  
bo del reactor 401. Durante la operación, la sustancia  
reaccionante líquida y el gas de atomización se dirigen a  
presión a través de los tubos 214 y 206 respectivamente y,  
también a presión, se mezclan en el interior de la boqui-  
10 lla 216. La sustancia reaccionante líquida se dispersa así  
desde la salida de la boquilla en forma de una niebla que  
absorbe energía radiante. El anillo de refuerzo 217 sirve  
para ayudar a mantener la niebla de la sustancia reaccio-  
nante líquida centralmente en el interior de una zona de  
15 pre-reacción 411 del tubo 401 del reactor.

Como se muestra mejor en las FIGS. 7A y 8, el  
conjunto de entrada de la realización preferida del presen-  
te reactor puede incluir adicionalmente una pluralidad de  
tubos de entrada secundarios 218a, 218b, y 218c, que permi-  
20 ten la introducción de sustancias reaccionantes líquidas  
adicionales. Los medios para la introducción de las sustan-  
cias reaccionantes líquidas secundarias son estructural y  
funcionalmente similares a los medios para la introducción  
de la sustancia reaccionante líquida principal, previamen-  
25 te descritos, y así incorporan adicionalmente tubos de en-

trada 219a, 219b, y 219c para el gas de atomización secundario y boquillas de nebulización tales como 220a (las boquillas de nebulización adicionales no se han representado). Una entrada representativa para una sustancia reaccionante líquida secundaria y una entrada representativa para un gas de atomización secundario están designadas por los números de referencia 221 y 222, respectivamente.

La exposición anterior presupone que las sustancias reaccionantes propiamente dichas, o bien exhiben un coeficiente  $\alpha$  de absorción de la radiación relativamente alto, o bien se pueden convertir en una niebla que absorbe energía radiante. No obstante, si tal no es el caso, tiene que introducirse un blanco absorbedor de energía radiante, tal como se ha descrito previamente, en la zona 404 del reactor en coincidencia con al menos un punto a lo largo de la trayectoria de las sustancias reaccionantes.

Haciendo referencia en particular a la FIG. 7A, un gas de barrido contribuye a dirigir la niebla de la sustancia reaccionante líquida hacia la zona de reacción 404. El gas de barrido entra en el bloque 204 de la boquilla por el adaptador de entrada 225 del gas de barrido, pasa por el canal 227 y se dirige axialmente con respecto al tubo 401 del reactor hacia la zona de pre-reacción 411.

Como se muestra en las FIGS. 7A y 8, una abertura de observación de la reacción 226 proporciona una visión axial de la zona de reacción 404.

5 B. CONJUNTO DE ELECTRODOS

Haciendo referencia particularmente a las FIGS. 7B, 9, 10 y 11, la sección 301 del conjunto de los electrodos del recipiente de presión tubular tiene porciones de bridas primera y segunda 303 (que se muestra en la FIG. 7A) y 304, respectivamente. La sección 301 del conjunto de los electrodos del recipiente de presión está asegurada en su primera brida 303 a la segunda brida 203 de la sección 201 del conjunto de entrada al recipiente de presión en relación estanca a los fluidos. Un canal 305 de medio de enfriamiento está definido entre la sección 301 del conjunto de los electrodos del recipiente de presión y una camisa 306 de refrigeración del conjunto de los electrodos. El medio de enfriamiento entra en el canal 305 por la entrada 307 y sale por la salida 308.

Como se muestra mejor en las FIGS. 7B y 9, los electrodos 309a-309f de barra colectora de cobre están montados en la segunda brida 304 de la sección 301 del conjunto de los electrodos del recipiente de presión, y se extienden a través de aquélla. Aunque existen seis de tales

electrodos 309, por razones de conveniencia sólo se representa realmente en detalle uno de ellos en la FIG. 7B. Cada electrodo 309 de barra colectora de cobre incluye una brida fenólica 310 y un aislador de cerámica 311. Cada uno de tales electrodos 309 está enfriado por un fluido, preferiblemente etilenglicol, que circula por un canal interior 312, entrando por la entrada 313 y saliendo por la salida 314. Una conexión eléctrica se ilustra en 315. Un cierre estanco 316 de politetrafluoretileno ayuda a impedir cualquier fuga del interior de la cámara de sobrepresión 406 del fluido inerte. Aun cuando, como se ilustra en la FIG. 17, el sistema eléctrico empleado en conexión con el presente reactor es del tipo de conexión trifásica en "Y", se pueden utilizar otros sistemas si las circunstancias lo justifiquen.

Haciendo referencia en particular a las FIGS. 7B y 7C, cada electrodo 309 de cobre está asegurado por una conexión de macho y hembra a una primera extremidad de una extensión 317 de electrodo de carbono rígido. Las extensiones 317 de los electrodos se proyectan a través de, pero no están en contacto con, una primera sección 412 de extremo de la pantalla térmica 410 y están aseguradas por una segunda extremidad a un soporte 318 del elemento de calentamiento arqueado. Como se muestra mejor en la FIG. 10, los elementos de calentamiento 302a-302c están asegu-

rados en un primer extremo a uno de los soportes 318 del elemento de calentamiento arqueado, y están separados circunferencialmente alrededor del tubo 401 del reactor dentro de la cámara de sobrepresión 406 del fluido inerte.

5 Los elementos de calentamiento están asegurados en un segundo extremo a un anillo 319 de conexión central trifásico como se muestra en las FIGS. 7C y 11. Preferiblemente, cada elemento 302 de calentamiento por resistencia eléctrica está hecho de una estructura de un material refractario fibroso tal como grafito o carbono. Los soportes  
10 318 de los elementos de calentamiento y el anillo 319 de conexión central pueden estar hechos de un material refractario y conductor de la electricidad, tal como carbono.

15 C. CONJUNTO PRINCIPAL

Haciendo referencia a las FIGS. 7B, 7C y 10, la sección 405 del conjunto principal del recipiente de presión tiene porciones 414 y 415 de bridas primera y segunda, respectivamente. La sección 405 está asegurada en su  
20 primera brida 414 en relación estanca a los fluidos a la segunda brida 304 de la sección 301 del conjunto de electrodos del recipiente de presión. Un canal 416 de medio refrigerante del conjunto principal está definido entre  
25 la sección 405 del conjunto principal del recipiente de

presión y una camisa de refrigeración 417 del conjunto principal. El canal 416 está definido además por un tabique espiral 418. El medio de refrigeración entra en el canal espiral 416 a través de la entrada 419 y sale por la salida 420.

5

El tubo 401 del reactor incluye tres zonas: la zona de reacción previa 411, la zona de reacción 404, y una zona de post-reacción 422. Como se ha indicado anteriormente, el tubo 401 del reactor está hecho de una estructura de material fibroso refractario tal como carbono o grafito. La estructura puede ser de tejido de punto, de tejido plano, o no tejida. El tubo de reacción 401 está asegurado en su extremo de salida 403 a un anillo 424 de soporte de salida del tubo del reactor que, a su vez, está asegurado en su posición por un bloque 425 de anclaje del tubo del reactor. El tubo 401 del reactor está asegurado en su extremo de entrada 402 a un anillo 426 de soporte de entrada del tubo del reactor que, a su vez, está unido en relación estanca a los fluidos a un fuelle tubular 427 dispuesto en el interior de la sección 201 del conjunto de entrada del recipiente de presión. Un extremo de entrada del fuelle 427 está asegurado de manera estanca a los fluidos entre la primera brida 202 de la sección 201 del conjunto de entrada del recipiente de presión y la brida 205 de cierre estanco anular para garantizar que el extremo de entrada del

10

15

20

25

tubo 401 del reactor permanezca aislado herméticamente de la cámara de sobrepresión 406. El fuelle 427 es deformable para permitir la expansión y contracción axial del tubo 401 del reactor.

5                   Medios para aplicar una fuerza de tracción axial al tubo 401 del reactor comprenden tres conjuntos idénticos separados distancias iguales alrededor de la superficie de la circunferencia de la sección 201 del conjunto de entrada al recipiente de presión. Por conveniencia, se describirá el conjunto 428 que se ilustra en la  
10                   FIG. 7A. Cada conjunto 428 incluye una varilla de empuje 429 trasladable asegurada en un extremo al anillo 426 de soporte de entrada al tubo del reactor, y en el extremo opuesto a una placa anular 430. Cada varilla de empuje 429  
15                   está apoyada en un cojinete 431 que está aislado de manera hermética a los fluidos por un anillo "O" 432. Un perno de anilla 433 que está asegurado a la placa anular 430 sujeta un cable 434 que se extiende generalmente paralelo al eje longitudinal del reactor y sobre un conjunto o montaje de  
20                   polea 435. Un peso 436 asegurado a un extremo opuesto del cable 434 aplica una fuerza que mantiene el tubo 401 del reactor en tensión axial.

                  Haciendo referencia en particular a las FIGS. 7B y 7C, la pantalla térmica 410 incluye una primera sección  
25                   circunferencial 438 que está dispuesta en el interior de la

sección 405 del conjunto principal del recipiente de presión, radialmente hacia el exterior de los elementos de calentamiento 302a, 302b y 302c y entre la primera sección de extremo 412 y una segunda sección de extremo 439 de la pantalla térmica 410. Como se muestra en la FIG. 7C, la primera sección circunferencial 438 de la pantalla térmica 410 descansa sobre un anillo de asiento 437 que preferiblemente está hecho de carbono. Si se desea, la primera porción circunferencial de la pantalla térmica 410 puede extenderse en dirección hacia el conjunto 300 de los electrodos para incluir una segunda porción circunferencial 440 como se muestra en la FIG. 7B. Aun cuando el material elegido inicialmente fué molibdeno y se había encontrado que éste era un material satisfactorio para una pantalla térmica del tipo requerido en el presente reactor químico de alta temperatura, se prefiere que la pantalla térmica 410 de la presente realización esté hecha de un material grafitico tal como grafito pirolítico o un material fabricado por Union Carbide Corporation y vendido bajo la denominación comercial de "Grafoil".

Están provistas aberturas de examen radiométrico 441 y 442 en la sección 400 del conjunto principal. La abertura de examen 442 permite la observación y la medida de la temperatura de la zona de reacción 404 del tubo 401 del reactor, y la abertura de examen 441 permite la

observación y la medida de la temperatura del elemento de calentamiento 302c.

D. CONJUNTO DE TRATAMIENTO POSTERIOR A LA REACCION

5

Como se muestra en la FIG. 7C, una primera porción de brida 302 de la sección 501 del conjunto de tratamiento posterior a la reacción del recipiente de presión está asegurada de modo estanco a los fluidos a una brida 10 503 de interfase enfriada por fluido, la cual está asegurada, a su vez, de una manera estanca a los fluidos a la segunda sección de brida 415 del conjunto principal del recipiente de presión. Un canal de medio refrigerante 504 está definido entre la camisa 505 de refrigeración del con- 15 junto de tratamiento posterior a la reacción y la sección 501 del recipiente de presión del conjunto de tratamiento posterior a la reacción. El medio refrigerante entra en el canal 504 por la entrada 506 y sale por la salida 507. Está provista una abertura de examen radiométrico 509 para 20 permitir la observación y la medida de la temperatura en el interior de la zona 422 de post-reacción del tubo 401 del reactor.

Los productos de la reacción que salen por el extremo de salida 403 del tubo 401 del reactor de la rea- 25 lización de la FIG. 7 pasan al interior de una primera

sección 510 de disipación de calor 511. Como se muestra en las FIGS. 7C y 7D, la primera sección 510 del disipador de calor 511 incluye una pared tubular interior 512 y una pared tubular exterior 513 que definen entre sí un canal 514 de medio refrigerante. Un tabique espiral 515 del medio refrigerante dirige el medio refrigerante que entra por la entrada 516 y sale por la salida 517. Una primera sonda de termopar 518 que se extiende hacia el interior de la primera sección 510 del disipador de calor 511 permite la medida de la temperatura de los productos de reacción que entran. Una segunda sonda de termopar 519 que se extiende hacia el interior de la primera sección 510 del disipador de calor 511 mide la temperatura de los productos de reacción a punto de salir al exterior.

Haciendo referencia en particular a la FIG. 7D, la primera sección 510 del disipador de calor 511 está unida a una segunda sección 520 por bridas 521 y 522, respectivamente. La segunda sección 520 incluye una pared interior 524 y una pared exterior 525 que definen entre sí un canal de medio refrigerante 526. El medio refrigerante entra en el canal 526 a través de la entrada 527, y sale a través de la salida 528. Las sondas de termopar 530 y 531 hacen posible la medida de la temperatura de los productos de la reacción que entran en la segunda sección 520 y que salen de dicha segunda sección 520, respectiva-

mente.

En la realización de la FIG. 13, un conjunto 500a de tratamiento posterior a la reacción incluye una sección 501a de conjunto de tratamiento posterior a la reacción del recipiente de presión que tiene una porción de brida 502a que está asegurada de manera estanca a los fluidos a una brida de interfase enfriada por fluido tal como la brida 503 que se ilustra en la FIG. 7C. Un canal de medio refrigerante 504a está definido entre una camisa 505a de refrigeración del conjunto de tratamiento posterior a la reacción y la sección 501a del conjunto de tratamiento posterior a la reacción del recipiente de presión. El medio refrigerante pasa al interior del canal 504a a través de la entrada 506a y sale del mismo a través de la salida 507a. La abertura de examen radiométrico 509a permite la observación y la medida de la temperatura en la zona 422 posterior a la reacción del tubo 401 del reactor.

Los productos de reacción que salen por el extremo de salida 403 del tubo 401 del reactor de la realización de la FIG. 13 a temperatura elevada, pasan al interior de un cambiador de calor 532 de flujo en contracorriente y de perfil variable, que está en contacto con la salida 403 del reactor en su extremo de entrada 533. El cambiador de calor 532 incluye una pared tubular interior

de material refractario 534, una pared tubular exterior de material refractario 535 separada concéntricamente al exterior de la pared interior 534, y un tabique espiral de material refractario 536 dispuesto entre las paredes 534 y 535 para definir un canal espiral 537 anular de medio de refrigeración. La pared tubular interior 534, la pared tubular exterior 535 y el tabique espiral 536 constituyen juntos un conjunto 544 de cambiador de calor espiral de alta temperatura que descansa sobre un amortiguador 545 de fieltro de carbono elástico dispuesto sobre la placa extrema 546 de la sección 547 del cambiador de calor del recipiente de presión. Las entradas del medio refrigerante 538, 539 y 540 se extienden a través de la pared tubular 535 exterior en comunicación con el canal espiral 537 del medio refrigerante.

En la realización específica que se ilustra en la FIG. 13, después de circular a lo largo de todo el canal espiral 537 del medio refrigerante de una manera pre-seleccionable, variable y controlable, el medio refrigerante se descarga en una salida 541 del canal espiral anular 537 contigua al extremo de entrada 533 del cambiador de calor 532. Después de ello, el medio refrigerante circula a través de la abertura de entrada 542 en el bloque de anclaje 425a del tubo del reactor, entrando en la cámara de sobrepresión 406 del fluido inerte. En tal caso, es eviden-

te que el medio refrigerante empleado debe ser un fluido  
que sea el mismo que el fluido inerte que existe en la cá-  
mara de sobrepresión 406 o, al menos, compatible con él.  
Sin embargo, como la operación del cambiador de calor 532  
5 no requiere que el medio refrigerante se haga circular  
hasta el interior de la cámara de sobrepresión 406, son  
factibles patrones y artificios de circulación alternati-  
vos. En tales casos, la elección del fluido refrigerante  
no está limitada por los criterios indicados anteriormente.  
10 La camisa 548 de refrigeración del cambiador de calor cir-  
cunferencial está separada radialmente en el exterior de  
la sección 547 del cambiador de calor del recipiente de  
presión, definiendo entre ambas un canal anular 549. El  
medio refrigerante se introduce en el canal 549 a través  
15 de la entrada 550 y sale a través de la salida 551.

E. CONJUNTO DE ENTRADA PARA SUSTANCIAS REACCIONANTES SOLI-  
DAS

20 El conjunto de entrada 200a de la realización  
de las FIGS. 14A y 14B es sustancialmente idéntico al con-  
junto de entrada 200 de las FIGS. 7A y 7B excepto que los  
medios para la introducción de una sustancia reaccionante  
sólida principal del conjunto 200a reemplazan a los medios  
25 para la introducción de una sustancia reaccionante líquida

principal del conjunto de entrada 200. Por conveniencia, se describirán sólo las características de la realización de las FIGS. 14A y 14B que difieren de las características correspondientes de la realización de las FIGS. 7A y 7B.

5 Un tubo de entrada 232 de sustancia reaccionante sólida se extiende a través del bloque 204 de boquilla anular y está asegurado fijamente al mismo por una brida de soporte 235. Una sustancia reaccionante sólida principal, preferiblemente finamente dividida, entra en el 10 tubo de entrada 232 a través de la entrada 233 en la brida de soporte 235 y sale del mismo en el interior del tubo 401 del reactor en un punto contiguo a la zona de pre-reacción 411. Asegurado a la salida 234 y dispuesto radialmente al exterior de la misma se encuentra un anillo 15 de refuerzo tubular 217, cuyo eje es sustancialmente paralelo al eje del tubo 401 del reactor. El anillo de refuerzo 217 ayuda a contener las sustancias reaccionantes sólidas finamente divididas en posición central en el interior de la zona de reacción previa 411 del tubo 401 del reactor. 20 reactor.

Con referencia a la FIG. 15, se muestra un sistema 238 de alimentación de sustancias reaccionantes sólidas en combinación con un reactor de alta temperatura 25 que tiene un conjunto de entrada 200a del tipo represen-

tado en las FIGS. 14A y 14B. Una tolva de suministro 240 para almacenamiento de las sustancias reaccionantes sólidas alimenta un triturador 241, el cual, a su vez, alimenta un tamiz 242. La salida de producto grueso 245 del tamiz 242 se recircula al triturador 241, y la salida de producto fino 243 se alimenta a una tolva 244 que está asegurada a una envolvente tubular alargada 246. Un tornillo helicoidal de alimentación 247 está montado de manera que puede girar en el interior de la envolvente 246 y es accionado por el motor 248. Un fluido de cierre estanco se puede introducir en la envolvente 246 a través de una boquilla de entrada 249 localizada en un punto aguas abajo de la tolva 244; el interior del tubo 401 del reactor queda así aislado herméticamente de la atmósfera. La sustancia reaccionante sólida y el fluido de cierre hermético se descargan de la envolvente 246 al interior del reactor a través de una salida 250.

20 F. SISTEMAS DE REVESTIMIENTO REFRACTARIO Y DE ATAQUE QUÍMICO

Por razones que se indican más adelante, se considera que puede depositarse un revestimiento refractario sobre las superficies del tubo 401 del reactor, los elementos de calentamiento 302, y la pantalla térmica 410

que están expuestos al gas de protección y a temperaturas elevadas durante el funcionamiento del reactor. Tal revestimiento refractario puede ser, por ejemplo, carbono pirolítico o un óxido refractario tal como óxido de torio, óxido de magnesio, óxido de zinc, óxido de aluminio, u óxido de zirconio. Además, se considera que porciones de la superficie del tubo 401 del reactor pueden atacarse químicamente o erosionarse selectivamente.

Haciendo referencia a la FIG. 16, se representa esquemáticamente un sistema 600 de revestimiento refractario y mordentado, el cual comprende un primer sistema 601 de dosificación de agente de deposición refractario que tiene una fuente de suministro 602 de gas carbonoso conectada a una tubería 603 de dosificación del gas carbonoso. La tubería de dosificación 603 tiene una válvula de apertura y cierre 604 conectada a una válvula de aguja 605 y a un medidor de caudal 606. Una primera tubería de alimentación 608 conecta la tubería 603 de dosificación del gas carbonoso con una tubería 607 de suministro de gas mezcla.

Un segundo sistema 210 de dosificación de agente de deposición refractario incluye una fuente de suministro 611 de gas portador conectada a una tubería 612 de dosificación de gas portador que tiene una válvula 613 de apertura y cierre, una válvula de aguja 614, y un me-

didor de caudal 615. La tubería 612 de dosificación del gas portador está conectada a un tubo de borboteo 616 dispuesto en el interior de un depósito 617 que contiene una solución de un compuesto volátil que contiene un metal.

5 La temperatura del depósito 617 se regula por un controlador de temperatura 618 que detecta la temperatura del depósito por medio de un termopar 619 y suministra calor al depósito, en caso requerido, por medio de una manta 620 de calentamiento eléctrica. Un extremo de salida 621 del tubo de borboteo 616 está sumergido en la solución

10 contenida en el depósito 617. Una salida 622 del depósito 617 conecta una segunda tubería 623 de alimentación al depósito en un punto situado por encima de la superficie de la solución. La segunda tubería de alimentación 623 está conectada también a la tubería 607 de suministro de

15 gas mezcla.

En un sistema 625 de dosificación del agente de ataque químico, una fuente de suministro 626 del agente de ataque químico está conectada a una tubería 627 de

20 dosificación del agente de ataque químico que incluye, en serie, una válvula 628 de apertura y cierre, una válvula de aguja 629, y un medidor de caudal 630. Conectada a la tubería 627 de dosificación del agente de ataque químico se encuentra una tercera tubería de alimentación 631, la

25 cual está conectada a la tubería 607 de suministro de gas

mezcla.

Las tres tuberías 608, 623 y 631, van a parar todas a la tubería 607 de suministro de gas mezcla, la cual está ramificada en una junta en T 632. Una primera tubería de ramificación 633 incluye una válvula 634 de la primera tubería de ramificación y está conectada a una primera entrada de un colector 635 de mezcla de fluido inerte. Una segunda tubería de ramificación 636 incluye una válvula 637 de la segunda tubería de ramificación y está conectada a una primera entrada de un colector 638 de mezclado de gas de barrido.

Una fuente de suministro 640 de fluido inerte está conectada a una tubería 641 de dosificación de fluido inerte que incluye una válvula 642 de apertura y cierre, una válvula de aguja 643 y un medidor de caudal 644 que está conectado a una segunda entrada del colector 635 de mezcla de fluido inerte. Una salida del colector 635 de mezcla está conectada a una tubería 645 de suministro de fluido inerte que, a su vez, está conectada a las entradas 408 y 409 del recipiente de presión para dirigir el fluido inerte al interior de la cámara de sobrepresión 406 del fluido inerte. Un sensor 646 de presión 646 de la cámara de sobrepresión está conectado a la tubería de suministro 645 del fluido inerte y está en comunicación con la cámara de sobrepresión 406 para medir la presión del

fluido inerte en el interior de la cámara de sobrepre-  
sión. Una válvula 647 de escape de la cámara de sobrepre-  
sión está conectada también a la tubería 645 de suministro  
de fluido inerte y proporciona una salida para la des-  
5 carga del fluido de la cámara de sobrepresión.

Una fuente de suministro de gas de barrido  
648 está conectada a una tubería de dosificación 649 que  
incluye una válvula de suministro 650 de apertura y cie-  
rre, una válvula de aguja 651, y un medidor de caudal 652  
10 que está conectado a una segunda entrada del colector 638  
de mezclado de gas de barrido. Una salida del colector de  
mezclado 638 está conectada a una tubería 653 de suminis-  
tro de gas de barrido que, a su vez está conectada al  
adaptador 225 de entrada de gas de barrido para la intro-  
15 ducción del gas de barrido en el interior del tubo de  
reacción 401. Un sensor de presión 654 en la zona de  
reacción que está conectado con la tubería 653 de suminis-  
tro de gas de barrido y que se comunica con el interior  
del tubo 401 del reactor, mide la presión en la zona de  
20 reacción del reactor.

Como se muestra mejor en la FIG. 7D, una vál-  
vula 655 de cierre de la salida del tubo del reactor está  
asegurada a la segunda sección 520 del dissipador de calor  
511 por las bridas 555 y 656.

25 Cuando el reactor está en funcionamiento, tie-

ne que mantenerse un gradiente de presión entre el fluido  
inerte contenido en la cámara de sobrepresión 406 y el  
gas contenido en el tubo 401 del reactor para causar un  
flujo uniforme del fluido inerte radialmente hacia el in-  
terior a través de la pared porosa del tubo 401. Por tan-  
to, es ventajoso que la estructura del tubo 401 sea lo  
suficientemente rígida para que pueda mantenerse el gra-  
diente de presión sin aplastamiento del tubo 401 hacia el  
interior. De acuerdo con ello, se considera que está de-  
positado un revestimiento refractario tal como carbono  
pirolítico sobre las porciones del material refractario  
fibroso del tubo 401 del reactor que están situadas en el  
interior de la cavidad de cuerpo negro a fin de aumentar  
la rigidez o estabilidad dimensional de la estructura.

Para depositar tal revestimiento, se cierra  
la válvula 655 de cierre de la salida del tubo del reac-  
tor y se calienta el tubo 401 del reactor a aproximadamen-  
te 1899°C. A continuación, se abre la válvula 650 de aper-  
tura y cierre situada en la tubería 649 de dosificación  
del gas de barrido, se cierra la válvula de apertura y  
cierre 642 situada en la tubería 641 de dosificación del  
fluido inerte, y se abre la válvula 647 de escape de la  
cámara de sobrepresión, permitiendo que el gas de barrido  
fluya al interior del tubo 401 del reactor, y luego ra-  
dialmente hacia el exterior a través de la pared porosa

del tubo 401 hasta la cámara de sobrepresión 406 y finalmente, a través de las entradas 408 y 409 del recipiente de presión y la válvula de escape 647 de la cámara de sobrepresión. Esto tiende a expandir el tubo 401 a su diámetro máximo. Después de ello, se abre la válvula de apertura y cierre 604 situada en la tubería 603 de dosificación del gas carbonoso. Las válvulas de aguja 605 y 651 se ajustan para fijar los caudales del gas carbonoso y el gas de barrido, respectivamente, a valores adecuados que se registran en los medidores de caudal 606 y 652. La válvula 634 de la primera tubería de ramificación se cierra y la válvula 637 de la segunda tubería de ramificación se abre a fin de que el gas carbonoso fluya a través de la primera tubería 608 de alimentación, la tubería 607 de suministro de gas mezcla, la junta en T 632, la segunda tubería de ramificación 636, y pase al interior del colector 638 de mezclado del gas de barrido, donde se mezcla con el gas de barrido y fluye al interior del tubo 401 del reactor a través de la tubería 653 de suministro de gas de barrido y del adaptador 225 de entrada del gas de barrido.

El gas carbonoso se disocia en las superficies calentadas con las que se pone en contacto, depositando un revestimiento de grafito pirolítico. Así, generalmente se deposita grafito pirolítico sobre las porcio-

mes del tubo 401 del reactor, los elementos de calentamiento 302, y la pantalla térmica 410 que se encuentran en el interior de la cavidad de cuerpo negro.

5 Como la porción del tubo 401 del reactor que se encuentra dentro de la zona 411 de reacción previa está fuera de la cavidad de cuerpo negro y, por tanto, puede no calentarse lo conveniente para alcanzar temperaturas superiores a la temperatura de descomposición del gas carbonoso, se considera que estará provisto un tamiz 450 de  
10 acero inoxidable, que se muestra en las FIGS. 7A y 7B, para impedir que el tubo 401 del reactor se aplaste hacia el interior bajo el gradiente de presión del fluido inerte, aun cuando se ha encontrado que un incremento de la tensión de la estructura porosa permite alcanzar sustancialmente el mismo resultado.  
15

Para controlar el caudal de fluido inerte a través de las paredes del tubo 401 del reactor, el diámetro de los poros de la pared del tubo puede reducirse o aumentarse mientras que el reactor se encuentra en funcionamiento mezclando un agente de deposición refractario o  
20 un agente de ataque químico con el fluido inerte. El gradiente de presión entre la cámara de sobrepresión y la zona de reacción puede determinarse por los sensores de presión 646 y 654, y el caudal de fluido inerte a través de  
25 la pared puede determinarse por medio del medidor de cau-

dal 644.

Cuando el gradiente de presión se hace demasiado pequeño para el caudal deseado del gas de protección inerte, el diámetro de los poros de la pared del tubo del reactor puede reducirse abriendo la válvula de apertura y cierre 604 y ajustando la válvula de aguja 605 para permitir que pase gas carbonoso desde la fuente de suministro 602 del gas carbonoso a través de la tubería 603 de dosificación del gas carbonoso. Se cierra la válvula 637 de la segunda tubería de ramificación y se abre la válvula 634 de la primera tubería de ramificación para dirigir el gas carbonoso al interior del colector 635 de mezclado del fluido inerte y de aquí a la cámara de sobrepresión 406 a través de la tubería 645 de suministro de fluido inerte y las entradas 408 y 409 del recipiente de presión. La válvula 647 de escape de la cámara de sobrepresión permanece cerrada y la válvula 655 de cierre de la salida del tubo del reactor permanece abierta durante el funcionamiento normal del reactor. El gas carbonoso se disocia sobre las superficies calentadas del interior del reactor con las que se pone en contacto. De acuerdo con ello, el gas carbonoso que fluye al interior de los poros de la estructura de la pared del tubo 401 del reactor se disocia, depositando un revestimiento de grafito pirolítico que reduce el diámetro de los poros. Como el gradiente de presión a través de

la pared del tubo del reactor aumentará para un caudal fijo de fluido inerte, la disminución de la porosidad del tubo se puede determinar con los sensores de presión 654 y 646 y el medidor de caudal 644 a medida que se deposita el grafito. Cuando el gradiente de presión excede de un valor predeterminado, puede detenerse el crecimiento del revestimiento de grafito cerrando la válvula de apertura y cierre 604 situada en la tubería 603 de dosificación del gas carbonoso. El procedimiento global de reducción del diámetro de los poros en la pared del tubo del reactor se puede llevar a cabo sin interrumpir la operación del reactor.

Inversamente, puede ser necesario aumentar el diámetro de los poros en el tubo 401 del reactor. En este caso, un agente de ataque químico tal como vapor de agua u oxígeno molecular procedente de la fuente de suministro 626 del agente de ataque químico se mezcla con el fluido inerte abriendo la válvula 628, ajustando la válvula de aguja 629 situada en la tubería 627 de dosificación del agente de ataque químico, cerrando la válvula 637 de la segunda tubería de ramificación, y abriendo la válvula 634 de la primera tubería de ramificación. El agente de ataque químico se mezcla con el fluido inerte en el colector 635 de mezclado del fluido inerte y fluye al interior de la cámara de sobrepresión 406 a través de las entradas 408 y 409 del re-

5           , recipiente de presión. El agente de ataque químico ataca  
las superficies calentadas con las que se pone en contac-  
to, aumentando así el diámetro de los poros de la por-  
ción calentada del tubo 401 del reactor. El flujo de  
10           agente de ataque químico puede continuarse hasta que los  
sensores de presión 654 y 646 indican un gradiente de pre-  
sión suficientemente bajo a través del tubo 401 del reac-  
tor para el caudal deseado de fluido inerte determinado  
por medio del medidor de caudal 644. Como en el caso de  
15           la reducción del diámetro de los poros con el gas carbo-  
noso, este procedimiento se puede llevar a cabo mientras  
que el reactor está en funcionamiento.

                  Puede ser ventajoso en algunas aplicaciones  
utilizar vapor de agua u otro medio que reaccione quími-  
15           camente con los materiales que se están tratando como  
fluido inerte. A fin de evitar, o al menos retardar la  
corrosión de los materiales de los que está construido  
el reactor, se considera la deposición de un revestimien-  
to de un óxido refractario tal como óxido de torio, óxido  
20           de magnesio, óxido de zinc, óxido de aluminio, u óxido de  
zirconio sobre las porciones del tubo 401 del reactor,  
los elementos de calentamiento 302, y la pantalla térmica  
410 que están en contacto con el fluido inerte y funcionan  
a temperaturas elevadas. Para depositar un revestimiento  
25           de óxido refractario, puede emplearse un agente de deposi-

ción de refractario que sea un compuesto volátil que con-  
tenga un metal, tal como cloruro de metilmagnesio, etó-  
xido de magnesio, o zirconio-n-amilóxido. El cloruro de  
metilmagnesio, por ejemplo, se descompone sobre una su-  
5 superficie calentada a aproximadamente 593°C para depositar  
un revestimiento de magnesio metálico. El magnesio metá-  
lico caliente se oxida a continuación por introducción  
de vapor de agua u oxígeno molecular en la cámara de so-  
brepresión 406. El zirconio-n-amilóxido y el etóxido de  
10 magnesio se descomponen ambos en general sobre las super-  
ficies calentadas para formar óxido de zirconio u óxido  
de magnesio, respectivamente.

Haciendo referencia a la FIG. 16, el compues-  
to volátil que contiene metal puede introducirse en la cá-  
15 mara de sobrepresión 406 haciendo que un gas portador pro-  
cedente de la fuente de suministro 611 fluya a través de  
la tubería 612 de dosificación abriendo la válvula de  
apertura y cierre 613. La válvula de aguja 614 ajusta el  
caudal de gas portador a un valor adecuado medido por el  
20 medidor de caudal 615. El depósito 617 contiene, por ejem-  
plo, una solución del compuesto volátil que contiene metal  
tal como cloruro de metilmagnesio disuelto en éter dietíli-  
co o zirconio-n-amilóxido disuelto en tetrahidrofurano. El  
gas portador fluye a través del tubo de borboteo 616 y pa-  
25 sa al interior de la solución contenida en el depósito 617.

La válvula 637 de la segunda tubería de ramificación permanece cerrada y la válvula 634 de la primera tubería de ramificación permanece abierta a fin de que el gas portador, los vapores de disolvente, y los vapores del compuesto que contiene el metal se dirijan secuencialmente a través de la salida 622 del depósito 617, la segunda tubería de alimentación 623, la tubería 607 de suministro del gas mezcla, y la primera tubería de ramificación 633, y entren en el colector 635 de mezclado del fluido inerte, donde aquéllos se mezclan con el fluido inerte y son conducidos luego a la cámara de sobrepresión 406 más allá de la tubería 645 de suministro del fluido inerte y a través de las entradas 408 y 409 del recipiente de presión. El compuesto volátil que contiene metal se descompone sobre las superficies calientes con las que se pone en contacto en el interior del reactor. Si se descompone en un metal puro, se introduce subsiguientemente oxígeno o vapor de agua en la cámara de sobrepresión 406 para causar la formación del óxido.

#### G. SISTEMAS DE CONTROL DE LAS VARIABLES DEL PROCEDIMIENTO

La FIG. 17 ilustra un sistema 700 de control de la temperatura del reactor. En dicha Figura, los elementos de calentamiento 302a, 302b y 302c se representan en

forma esquemática conectados en un circuito de configuración en "Y", estando conectado un extremo de cada elemento de calentamiento a un punto de unión 701, en tanto que el otro extremo está conectado a una rama 702a, 702b, ó  
5 702c de una línea 702 de energía trifásica. El punto de unión 701 corresponde al anillo de conexión trifásico 319 de la FIG. 7C. La línea de energía 702 está conectada con una salida 703 de energía para calentamiento de un controlador de energía 704, el cual, a su vez, está conectado  
10 con una línea 705 de energía trifásica principal y con un circuito 706 de encendido. La línea 705 de energía trifásica principal suministra corriente, preferiblemente a 440 voltios, para calentamiento del reactor. Un radiómetro 708 dispuesto en el interior de la abertura de examen  
15 441 de la FIG. 7B, está enfocado sobre el elemento de calentamiento 302c y produce una señal, generalmente dentro del intervalo de los milivoltios, que corresponde a la temperatura del elemento de calentamiento. Un convertidor 709 "MV/I" amplifica la señal del radiómetro y la convierte en una corriente eléctrica. Un controlador 707 del punto de ajuste, una línea 712 de señal de salida para conexión a un ordenador (no representada), y un registrador  
20 710 que construye un diagrama permanente de la temperatura medida por el radiómetro 708, están conectados todos ellos al convertidor 709. Una línea 713 de señal de entra-  
25

da conecta una entrada 711 de señal de control del controlador 707 del punto de ajuste con un ordenador (no representado). Medidores de corriente 750a, 750b, y 750c están insertados en las tres ramificaciones 702a, 702b, y 702c, respectivamente, para medir la corriente suministrada a los elementos de calentamiento 302a-c; y voltímetros 751a, 751b, y 751c están conectados con las ramas 702a-c para medir los voltajes a través de los elementos de calentamiento. La energía disipada en los elementos de calentamiento y la resistencia eléctrica de los elementos de calentamiento pueden calcularse a partir de tales medidas de voltaje y corriente. El conocimiento de la resistencia eléctrica de cada elemento de calentamiento proporciona información acerca de su integridad física, ya que, a medida que un elemento de calentamiento se erosiona, aumenta su resistencia eléctrica.

La FIG. 18 es un gráfico de la resistencia eléctrica de lámina de una muestra de tela de grafito (vendida bajo la denominación comercial de "Tela de Grafito WCA" por Union Carbide Corporation) en función de la temperatura de la tela. Se ha conferido rigidez a la tela con grafito pirolítico por calentamiento y exposición de aquélla a una atmósfera de un gas carbonoso, generalmente de acuerdo con el procedimiento descrito arriba. El eje vertical del gráfico de la FIG. 18 da la resistencia de lámina

en unidades de "ohmios por cuadrado" dado que, como es sabido, la resistencia medida entre aristas opuestas de cuadrados de un material resistente eléctricamente que tiene un espesor dado es independiente de las dimensiones del cuadrado. Así, la resistencia a una temperatura particular de un elemento de calentamiento formado de una tira rectangular simple de "Tela de Grafito WCA" puede hallarse considerando que la tira está constituida por cuadrados de la tela conectados en serie. Por ejemplo, la resistencia de una tira de 15 cm por 127,5 cm a 1371,1°C medida entre los dos lados de 15 cm, se halla multiplicando (51/6) por 0,123 ohmios, que es la resistencia de lámina a 1371,1°C dada en la FIG. 18. La resistencia de un elemento de calentamiento constituido por más de una capa de la estructura, teniendo cada capa las mismas dimensiones y por consiguiente la misma resistencia, se encuentra dividiendo la resistencia de una capa simple por el número de capas. Por conveniencia, se han representado también gráficamente en la FIG. 18 las resistencias de lámina calculadas en "ohmios por cuadrado" para muestras de "Tela de Grafito WCA" reforzada constituida por 2, 3 y 4 capas.

En funcionamiento, después que el controlador 707 del punto de ajuste se ha ajustado a una temperatura especificada bien sea manualmente o mediante ordenador, el mismo compara tal temperatura con la temperatura medida

del electrodo 302c y produce una señal de error que depende de la diferencia algebraica entre la temperatura medida y la temperatura especificada. El controlador 707 del punto de ajuste controla el circuito de encendido  
5 706, el cual, en respuesta a la señal de error, hace que el controlador de energía 704 aumente o disminuya la energía suministrada a los elementos de calentamiento para reducir, en la medida que sea necesario, la magnitud de la señal de error, haciendo que la temperatura del elemento  
10 de calentamiento 302c se aproxime a la temperatura especificada. Como el elemento de calentamiento 302c está dentro de la cavidad de cuerpo negro confinada por la pantalla térmica 410, su temperatura es representativa generalmente de la temperatura de las superficies en toda la cavidad.  
15 Sin embargo, pueden utilizarse también para control de la temperatura radiómetros enfocados sobre otras superficies dentro de la cavidad del cuerpo negro.

Como se muestra en la FIG. 19, las variables de proceso distintas de la temperatura pueden regularse  
20 por sistemas de control de retroalimentación tales como, por ejemplo, un sistema 714 de regulación del caudal de alimentación de la sustancia reaccionante líquida principal, que incluye una fuente de suministro 715 que está en comunicación con un sistema de dosificación 716 en una tubería de alimentación 717. El sistema de dosificación 716  
25

5 ,controla el caudal de la sustancia reaccionante principal  
y puede incluir, por ejemplo, una bomba de velocidad va-  
riable y un controlador de la bomba o una válvula de ori-  
ficio variable y un controlador de la válvula. Una salida  
718 del sistema 716 de dosificación de la sustancia reac-  
cionante principal está conectada a un transductor de cau-  
dal 719 que produce una salida de señal eléctrica 720 co-  
rrespondiente al caudal de la sustancia reaccionante prin-  
cipal. Una salida 721 del transductor 719 de caudal de la  
10 sustancia reaccionante principal está conectada a la tubería  
215 de entrada de la sustancia reaccionante líquida princi-  
pal. Una salida de señal 722 del sensor de presión 654 de  
la zona de reacción y la salida de señal 720 del transduc-  
tor de caudal 719 están conectadas a las señales de entra-  
15 da primera y segunda, respectivamente, del sistema 716 de  
dosificación de la sustancia reaccionante principal. Una sa-  
lida de un sistema de ordenador 723 está conectada a una ter-  
cera entrada del sistema de dosificación 716.

20 En un modo de funcionamiento del sistema 714 de  
regulación del caudal de la sustancia reaccionante líquida  
principal, el sistema 723 de ordenador comunica no sólo un  
valor preseleccionado del caudal de la sustancia reaccio-  
nante principal sino también un límite superior de la pre-  
sión en la zona de reacción al sistema 716 de dosificación  
25 de la sustancia reaccionante principal, el cual compara el

caudal preseleccionado con el medido por el transductor  
719 y ajusta el caudal a fin de que se aproxime al valor  
seleccionado, con la condición, no obstante, de que la  
presión en la zona de reacción sea menor que el límite  
5 superior prescrito. En caso de que la presión en la zona  
de reacción exceda de este límite superior, el sistema de  
dosificación 716 rebajará la presión reduciendo el caudal  
de la sustancia reaccionante principal.

Un sistema 724 de regulación de caudal de la  
10 sustancia reaccionante líquida secundaria es otro sistema  
de control de retroalimentación que incluye una fuente de  
suministro 725 que está en comunicación con un sistema de  
dosificación 726 sobre una tubería de alimentación 727. El  
sistema 726 de dosificación de la sustancia reaccionante  
15 secundaria puede ser del mismo tipo que el sistema 716 de  
dosificación de la sustancia reaccionante principal. Una  
salida 728 del sistema 726 de dosificación de la sustancia  
reaccionante secundaria está conectada a un transductor 729  
de caudal que produce una señal correspondiente al caudal  
20 de la sustancia reaccionante secundaria. Una salida 731 del  
transductor 729 está conectada a la entrada 221 de la sus-  
tancia reaccionante secundaria. Una salida de señal 722 del  
sensor 654 de presión de la zona de reacción y una salida  
de señal 730 del transductor 729 de caudal de la sustancia  
25 reaccionante secundaria están conectadas a entradas de se-

ñal separadas del sistema 726 de dosificación de la sustancia reaccionante secundaria, y una salida del sistema 723 del ordenador está conectada a una tercera entrada. El sistema 724 de regulación del caudal de la sustancia reaccionante líquida secundaria puede hacerse funcionar de un modo análogo al descrito arriba para el sistema 714 de regulación de la sustancia reaccionante líquida principal.

En un sistema 734 de regulación del caudal del fluido inerte, una salida de la fuente de suministro 640 del fluido inerte está conectada a la válvula de aguja 643, la cual, a su vez, está conectada a la válvula de apertura y cierre 642. La válvula 642 está conectada a un transductor 735 de caudal de fluido inerte. Una salida de señal 736 del transductor 735 está conectada a una primera entrada de un controlador 737 de válvula de aguja del fluido inerte. Una segunda entrada del controlador 737 de válvula de aguja está conectada al sistema de ordenador 723, y una tercera entrada está conectada al sensor 646 de presión de la cámara de sobrepresión. La apertura de la válvula de aguja 643 puede ajustarse por medio del controlador 737. Una salida de fluido inerte del transductor 735 está conectada a las entradas 408 y 409 del recipiente de presión del reactor. Por conveniencia, la válvula de escape 647 de la cámara de sobrepresión, el me-

didor de caudal 644 y el colector 635 de mezclado del fluido inerte, de la FIG. 16, no se muestran en la FIG. 19, y el transductor 735 de caudal del fluido inerte de la FIG. 19 no se muestra en la FIG. 16.

5                    Durante el funcionamiento, la válvula de apertura y cierre 642 está abierta, dejando que el fluido inerte fluya a través del transductor 735 y pase a las entradas 408 y 409. El controlador 737 de válvula de aguja compara una señal de caudal procedente del transductor  
10                    735, con un caudal especificado por el sistema de ordenador 723 y ajusta la válvula de aguja 643 de acuerdo con ello, con la condición, no obstante, de que la presión en la cámara de sobrepresión detectada por el sensor de presión 646 no exceda de un límite superior especificado también por el sistema de ordenador 723. Si la presión es  
15                    excesiva, el controlador de válvula de aguja 737 reduce el caudal para rebajar la presión.

                    Un sistema 700 de control de la temperatura del reactor, que se muestra en detalle en la FIG. 17 y que  
20                    se representa esquemáticamente en la FIG. 19, comprende un controlador 738 de la temperatura del reactor que incluye el controlador 704 de energía, el circuito de encendido 706, el controlador 707 del punto de ajuste, el convertidor 709, el registrador 710, y los medidores 750 y 751 que  
25                    se muestran en la FIG. 17. El radiómetro 708 (no represen-

tado en la FIG. 19) está alojado en el interior de la  
abertura de examen 441 y conectado al controlador 738. La  
línea de energía trifásica 702 conecta la salida de ener-  
gía 703 para el calentador, del controlador 738 de la  
5 temperatura del reactor, con los elementos de calenta-  
miento 302 (no representados en la FIG. 19) a través de  
los electrodos 309. Así, el nivel de energía eléctrica  
suministrado en la salida 703 de energía para el calenta-  
dor determina la temperatura del tubo 401 del reactor. La  
10 entrada de señal de control 711 y una salida del contro-  
lador 738 de la temperatura del reactor están conectadas  
con el sistema 723 del ordenador por la línea 713 de la  
señal de entrada y la línea 712 de la señal de salida,  
respectivamente.

15 Un dispositivo 740 de toma de muestras de pro-  
ducto del reactor, conectado a una salida 741 localizada  
adyacente a la válvula 655 de cierre de la salida del  
reactor, transfiere a intervalos de tiempo preselecciona-  
dos muestras del producto de la reacción a una entrada 742  
20 de muestra de un cromatógrafo de gases 743. Una señal eléc-  
trica en una salida 744 del cromatógrafo 743 responde a los  
cambios en la composición química de las muestras. Por ejem-  
plo, el cromatógrafo de gases 743 en combinación con el dis-  
positivo de toma de muestras 740 del producto de la reac-  
25 ción, puede producir una señal que corresponde a la con-

centración de etileno en un procedimiento para la pirólisis parcial de un hidrocarburo.

Las salidas del cromatógrafo de gases 743 están conectadas a un registrador 749 y al sistema de ordenador 723. Una entrada 745 del sistema de ordenador 723 está conectada a transductores para las variables del procedimiento por una barra colectora de datos 746, la cual incluye líneas de señal conectadas a los transductores de caudal 719, 729 y 735, sensores de presión 646 y 654, controlador de temperatura 738, y cromatógrafo de gases 743. Otros transductores pueden estar conectados a la barra colectora de datos 746; en caso deseado. Una salida 747 del sistema de ordenador 723 está conectada a una barra colectora de mando 748 que incluye líneas de señal conectadas al sistema 716 de dosificación de la sustancia reaccionante principal, al sistema 726 de dosificación de la sustancia reaccionante secundaria, al controlador 738 de la temperatura del reactor, y al controlador 737 de válvula de aguja del fluido inerte. El sistema de ordenador 723 puede incluir un ordenador digital, un convertidor de analógico a digital para la conversión de las señales analógicas de los transductores en datos digitales para el ordenador, un convertidor de digital en analógico para la conversión de las señales digitales del ordenador en señales de control analógicas, y un transmisor simultáneo para

commutación entre las líneas de señal en la barra colectora de datos 746 y la barra colectora de mando 748.

5 Se considera que durante una campaña de operación del procedimiento el sistema 723 del ordenador puede especificar y comprobar los valores de las variables del procedimiento por señales comunicadas a la barra colectora de mando 748 y a la barra colectora de datos 746. Así, el sistema del ordenador 723 puede supervisar la operación del reactor para asegurar que las variables del procedimiento permanecen dentro de intervalos especificados. 10 Además, el ordenador puede estar programado para buscar las condiciones óptimas de operación para un procedimiento particular realizando variaciones sistemáticas en las variables del procedimiento mientras que se comprueba la salida del reactor con el cromatógrafo 743. Por ejemplo, 15 el ordenador puede estar programado para investigar en busca de las temperaturas del reactor y los caudales de alimentación que maximicen la concentración de etileno en el producto de salida para una alimentación hidrocarburada particular. El sistema del ordenador 723 puede incorporarse también en sistemas de control de retroalimentación; tales como un sistema de control del producto de la 20 reacción que incluye, además del sistema de ordenador 723, el dispositivo de toma de muestras 740 del producto de la reacción, el cromatógrafo de gases 743, el contro-

25

lador 738 de la temperatura del reactor, y la línea de energía trifásica 702 conectada a los elementos de calentamiento 302. En este sistema de control del producto de la reacción, el sistema del ordenador compara la composición química de las muestras del producto de la reacción sacadas del reactor con una composición previamente seleccionada, y genera una señal eléctrica en su salida 747 que corresponde a las desviaciones encontradas en la composición química de las muestras. La salida 747 del sistema del ordenador 723 está conectada a la entrada 711 del controlador de la temperatura del reactor a fin de hacer posible la variación de la temperatura en el tubo del reactor en respuesta a los cambios en la señal procedente del sistema del ordenador, reduciéndose así las desviaciones en la composición química de los productos de la reacción. Otras variables del procedimiento tales como los caudales de sustancias reaccionantes seleccionadas y la presión en la zona de reacción pueden controlarse también por medio de sistemas de control de retroalimentación similares.

#### PARAMETROS DEL PROCEDIMIENTO

Los procedimientos de reacción química de alta temperatura conducidos de acuerdo con la presente inven-

ción requieren el uso de una envolvente o capa de protección anular de un fluido inerte que sea sustancialmente transparente a la radiación. La envolvente tiene una longitud axial sustancial. La envolvente anular puede estar generada en una dirección generalmente paralela a su eje o en una dirección generalmente perpendicular a su eje y radialmente hacia el interior de su superficie circunferencial exterior.

En el primer caso, como se ha descrito previamente con respecto a la primera realización del presente reactor, el fluido de la envolvente tiene que mantenerse en flujo laminar a fin de impedir el entremezclado con la corriente de sustancias reaccionantes. Este requisito impone ciertas limitaciones sobre la longitud axial de la envolvente debido a que tal flujo laminar, y por tanto la integridad de la capa de protección, no pueden mantenerse en longitudes indefinidas aguas abajo, en especial si se considera una reacción particularmente violenta. De acuerdo con ello, esta manera de generarse la envolvente es sumamente adecuada para aplicaciones en pequeña escala y en escala de laboratorio.

En el último caso, como se ha descrito previamente con respecto a las realizaciones segunda, tercera y cuarta de la presente invención, la integridad de la envolvente de fluido es independiente de cualesquiera consi-

deraciones de flujo y puede mantenerse en una distancia axial mucho mayor que la que se puede alcanzar en el caso de la envolvente laminar inyectada axialmente. El requisito primario consiste en mantener el flujo del fluido inerte a una presión mayor que la de la corriente de sustancias reaccionantes a fin de impedir que tales sustancias reaccionantes "perforen" o de cualquier otro modo se escapen de los confines del interior de la envolvente.

Una vez que se ha generado la envolvente, al menos una sustancia reaccionante se hace pasar a través de su núcleo a lo largo de una trayectoria predeterminada que es sustancialmente coincidente con el eje de la envolvente. La envolvente confina las sustancias reaccionantes en su interior y fuera del contacto con las superficies circundantes de la cámara del reactor.

Por último, se dirige energía radiante de alta intensidad hacia el núcleo de la envolvente de tal modo que coincida con al menos una porción de la trayectoria predeterminada de las sustancias reaccionantes. Tal energía radiante puede dirigirse a al menos un punto situado a lo largo de la trayectoria de las sustancias reaccionantes como en las realizaciones primera y tercera, o bien se puede dirigir a lo largo de una longitud finita de dicha trayectoria, tal como se considera en las realizaciones segunda y cuarta. En cualquier caso, se absorbe en el núcleo

suficiente energía radiante para elevar la temperatura de las sustancias reaccionantes hasta un nivel requerido para que se inicie la reacción química deseada.

5 En el supuesto de que las sustancias reaccionantes no absorban por sí mismas energía radiante, puede introducirse un blanco absorbente a lo largo de la trayectoria de las sustancias reaccionantes, preferiblemente antes de dirigir la energía radiante hacia el interior del núcleo. El blanco absorberá entonces suficiente energía  
10 radiante para elevar la temperatura en el núcleo al nivel requerido para que se inicie la reacción química deseada. Como se ha indicado anteriormente, si la reacción considerada es tal que las sustancias reaccionantes transparentes producen al menos un producto que absorbe energía radiante,  
15 el blanco puede desactivarse una vez que se ha iniciado la reacción.

El procedimiento considerado puede incluir adicionalmente la etapa de enfriamiento de los productos de la reacción y de cualesquiera sustancias reaccionantes y/o  
20 blancos que puedan quedar inmediatamente después de haberse completado la reacción deseada. El fin de este procedimiento es terminar la reacción deseada e impedir que se produzca cualquier otra reacción indeseable. Los productos, blancos, y sustancias reaccionantes remanentes pueden en-  
25 friarse conveniente y eficazmente mediante transmisión de

, calor por radiación a una superficie fría absorbente de energía radiante.

#### UTILIZACION DE LOS REACTORES DE PARED FLUIDA

5

Los reactores de pared fluida de la invención pueden utilizarse virtualmente en cualquier reacción química de alta temperatura, muchas de cuyas reacciones se han considerado con anterioridad como imposibles de llevar a la práctica o sólo teóricamente posibles. El criterio más importante para la utilización de estos reactores de pared fluida en una reacción química particular a temperatura elevada es saber si tal reacción es termodinámicamente posible en las condiciones de reacción. Utilizando estos reactores de pared fluida, tales procedimientos de reacción química a temperatura elevada pueden conducirse a temperaturas de hasta aproximadamente 3315°C, bien sea (1) generando en el interior del tubo poroso del reactor una envolvente anular constituida por un fluido inerte que es sustancialmente transparente a la energía radiante para formar una capa de protección de la superficie radialmente interior del tubo del reactor, teniendo la envolvente anular una longitud axial sustancial y definiendo el interior de la envolvente una cámara de reacción; (2) haciendo pasar al menos una sustancia reaccionante (que puede hallarse en estado só-

10

15

20

25

lido, líquido o gaseoso) a través de la cámara de reacción a lo largo de una trayectoria predeterminada sustancialmente coincidente con el eje longitudinal de la envolvente, estando confinadas las sustancias reaccionantes en el interior de la cámara de reacción; y (3) dirigiendo energía radiante de alta intensidad al interior de la cámara de reacción de tal modo que coincida con al menos una porción de la trayectoria predeterminada de las sustancias reaccionantes, siendo absorbida suficiente energía radiante en el interior de la cámara de reacción para elevar la temperatura de las sustancias reaccionantes a un nivel requerido para iniciar y mantener la reacción química deseada.

Entre las reacciones que se pueden llevar a cabo en los reactores de pared fluida de la invención se encuentran la disociación de hidrocarburos y materiales hidrocarbonosos, tales como hulla y diversas fracciones de petróleo, en hidrógeno y negro de humo; la reformación con vapor de agua de hulla, fracciones de petróleo, esquistos bituminosos, arenas alquitranosas, lignito, y cualquier otro material de alimentación carbonoso o hidrocarbonoso en mezclas de gas de síntesis, procedimientos que pueden incluir también el empleo opcional de uno o más carbonatos inorgánicos (tales como piedra caliza o dolomita) u óxidos inorgánicos que reaccionen químicamente con cualesquiera

contaminantes que contengan azufre de tal modo que los mismos puedan separarse de las mezclas de gas de síntesis resultantes; la disociación parcial de hidrocarburos y materiales hidrocarbonosos en compuestos de peso molecular inferior; la pirólisis parcial de hidrocarburos saturados en hidrocarburos insaturados, tales como etileno, propileno y acetileno; la conversión de materias orgánicas de desecho, tales como fango de aguas de alcantarillado o subproductos que contengan lignina, en un gas combustible; la desulfuración completa o parcial de materiales de alimentación hidrocarbonosos que contengan azufre, la reducción de menas de minerales o compuestos inorgánicos a un estado de valencia inferior con hidrógeno, carbono, gas de síntesis, u otro agente reductor; y la reacción parcial o completa de un elemento o compuesto inorgánico con un material carbonoso para formar el carburo inorgánico correspondiente.

Si se desea, pueden utilizarse uno o más catalizadores en tales procedimientos de reacción química a temperatura elevada para acelerar la reacción o para alterar su curso a una secuencia de reacción deseada. Si tales procedimientos implican sustancias reaccionantes carbonosas o hidrocarbonosas, la adición de un catalizador apropiado al sistema puede utilizarse para favorecer la formación de radicales libres, iones carbonio o carbaniones para influir en el curso de la reacción.

Por supuesto, no existe ningún conjunto de condiciones de funcionamiento que sea óptimo o apropiado para todas las reacciones que pueden llevarse a cabo en el reactor de pared fluida. Las condiciones de funcionamiento, tales como temperaturas, presiones, caudales de alimentación, tiempo de permanencia en el tubo del reactor, y velocidades de enfriamiento, pueden variarse para adaptarlas a los requisitos de la reacción particular que se esté llevando a cabo. A modo de ilustración, entre los factores que influyen en los productos de la pirólisis de un hidrocarburo se encuentra la temperatura a la que se calienta el hidrocarburo y el período de tiempo durante el cual se mantiene aquél a dicha temperatura. Es sabido, por ejemplo, que el metano tiene que calentarse a aproximadamente 1232°C, con objeto de producir acetileno. La formación de etileno a partir del etano comienza a una temperatura más baja, aproximadamente a 829°C. En un procedimiento típico para pirolizar hidrocarburos, se producen acetileno, etileno, hidrógeno, negro de humo, y aceites hidrocarbureados. Tiempos de reacción del orden de un milisegundo maximizan por lo general el rendimiento de acetileno, dado que tiempos de reacción mayores que un milisegundo favorecen en general la producción de etileno y otros productos a expensas del acetileno, mientras que los tiempos de reacción menores que un milisegundo reducen por

regla general los rendimientos tanto en etileno como en acetileno. Temperaturas muy elevadas, por ejemplo superiores a 1648,9°C, favorecen en general la producción de negro de humo e hidrógeno a expensas de acetileno y etileno. Los tiempos de reacción en los reactores de pared fluida de la invención pueden disminuirse acortando el tubo del reactor y aumentando el caudal de las sustancias reaccionantes que se introducen en el tubo del reactor. Para tiempos de reacción muy cortos, puede ser ventajoso mezclar un blanco absorbedor de la radiación, tal como negro de humo, con las sustancias reaccionantes con objeto de favorecer un acoplamiento eficiente entre la corriente de sustancias reaccionantes y la radiación térmica procedente de la pared del tubo y facilitar así el calentamiento rápido de las sustancias reaccionantes.

#### EJEMPLOS

Los ejemplos que siguen son ilustrativos de la facilidad con que pueden llevarse a cabo diversos procedimientos de reacción química a temperatura alta en reactores de pared fluida de acuerdo con la invención. En todos y cada uno de estos ejemplos, se utilizó el reactor de pared fluida para temperatura elevada previamente ilustrado por las FIGS. 2A a 6, para llevar a cabo la reacción

de alta temperatura particular. El tubo 61 del reactor era un tubo de grafito poroso de 90 cm de longitud que tenía un diámetro interior de 7,5 cm y un diámetro exterior de 10 cm, siendo el radio medio de poro 20 micras. El tubo poroso estaba alojado en un recipiente de presión 70 de acero, que tenía un diámetro de 25 cm. El tubo 61 del reactor se calentó por medio de electrodos de carbono 100a a 100f, los cuales estaban dispuestos en el interior de la cámara de sobrepresión 85. La pantalla térmica 120, localizada también en el interior de la cámara de sobrepresión 85, estaba hecha de molibdeno. Un collar 124 refrigerado por agua estaba localizado adyacente al extremo de salida del tubo 61 del reactor para enfriar los productos de reacción formados por acoplamiento de radiación. Después de haber llevado a cabo cada ejemplo continuamente durante diversos períodos de tiempo, se inspeccionó el tubo 61 del reactor en cuanto a la acumulación de negro de humo u otros materiales. No se encontró material alguno.

#### EJEMPLO I

#### DISOCIACION TERMICA DEL METANO

Se realizaron una serie de ensayos para determinar la efectividad del reactor de pared fluida en la di-

sociación térmica del gas natural a diversos caudales de alimentación y diversas temperaturas de reacción. En todos y cada uno de estos ensayos, se introdujo hidrógeno en la cámara de sobrepresión 85 a través de la entrada 83 y se forzó a través del tubo poroso 61 del reactor para que penetrase en la cámara del reactor a un caudal constante de 141,5 litros normales/minuto. Se ajustó la corriente que pasaba por los electrodos 100a - 100f a fin de establecer la temperatura del tubo del reactor entre 1260° y 1871,1° C, medida con un pirómetro óptico. El gas natural, constituido por más de 95% de metano y siendo el resto etano y propano, se introdujo en el reactor a través de la entrada 91 a diversos caudales comprendidos entre 28,3 y 141,5 litros normales/minuto. Se introdujo en el reactor una pequeña cantidad de negro de humo al mismo tiempo a través de la entrada 121 con objeto de que sirviera como blanco absorbente con el fin de iniciar la disociación pirolítica. Una vez que hubo comenzado la disociación, no fué necesario añadir negro de humo adicional para mantener la reacción. Un humo negro y denso brotó por el extremo de salida del tubo del reactor, encontrándose que estaba constituido por negro de humo e hidrógeno. Las partículas del negro de humo eran extremadamente finas y difíciles de filtrar. Por pulverización de agua en la corriente efluente inmediatamente por debajo del extremo de salida del tubo 61 del reactor

tor, fué posible aglomerar las partículas de negro de humo y recogerlas sobre un filtro de tela para polvo fino. En la Tabla I se indica el porcentaje de disociación a diversos caudales comprendidos entre 28,3 y 141,5 litros normales/minuto. y a temperaturas de disociación comprendidas entre 1260° y 1871,1°C, determinándose la fracción de metano disociada por medida de la conductividad térmica del gas efluente después de filtrar las partículas de negro de humo de la muestra.

10

TABLA I

PORCENTAJE DE DISOCIACION A DIVERSOS CAUDALES Y TEMPERATURAS

15	Temperatura de Disociación (°C)	Caudal (litros normales/minuto)				
		<u>28,3</u>	<u>56,6</u>	<u>84,9</u>	<u>113,2</u>	<u>141,5</u>
	1260°	86	74	66	60	54
	1371,1°	89	79	72	68	63
	1482,2°	91,5	83	78	74,5	70,5
20	1593,3°	94	88	84,5	82,0	79
	1648,9°	95,5	91	88,5	86	83,5
	1704,4°	97	94	92,5	91,0	89,5
	1760°	98,5	98,5	98,5	98,5	98,5
	1815,5°	100	100	100	100	100
25	1871,1°	100	100	100	100	100

## EJEMPLO II

### DISOCIACION TERMICA DE HIDROCARBUROS LIQUIDOS

5 Se llevó a cabo una serie de ensayos para de-  
terminar la efectividad del reactor de pared fluida en la  
disociación térmica de hidrocarburos líquidos. Se empleó  
hidrógeno como gas de protección, a un caudal constante  
de 141,5 litros normales/minuto. Los hidrocarburos líqui-  
dos seleccionados para las series de ensayos fueron desti-  
10 lados típicos obtenidos a partir de petróleo crudo e in-  
cluían nafta (punto de ebullición 37,8º a 93,3ºC); quero-  
seno-diesel (punto de ebullición 104,4º a 176,7ºC); gasoil  
(punto de ebullición 176,7º a 315,6ºC); y aceite residual  
y asfalto (punto de ebullición mayor que 315,6ºC). Los re-  
15 sultados de estos ensayos fueron los siguientes:

A. NAFTA. Una corriente de nafta, a una tem-  
peratura aproximada de 27ºC, se introdujo como alimenta-  
ción en el tubo 61 del reactor a un caudal de 0,19 litros  
por minuto a través de la entrada 121. La temperatura del  
20 tubo del reactor se mantuvo a 1871,1ºC. La nafta pura pa-  
só a través del reactor inafectada, siendo aparentemente  
transparente a la radiación térmica que emanaba del tubo  
del reactor incandescente. La nafta se hizo luego opaca  
mezclándola con 0,1% en peso de negro de humo finamente  
25 dividido. Cuando se introdujo esta mezcla opaca en el

, reactor como en el caso anterior, se observó un acoplamiento excelente con la radiación térmica. Por la salida del tubo del reactor brotaron negro de humo e hidrógeno. Un análisis del gas producido con una célula de conducti-  
5 vidad térmica, demostró que el mismo contenía más de 98% en moles de hidrógeno, lo que indicaba que la disociación había sido casi completa.

B. QUEROSENO-DIESEL. Se mezcló queroseno-diesel con 0,1% en peso de negro de humo y se introdujo luego  
10 como alimentación en el reactor de pared fluida a un caudal de 0,19 litros por minuto. El tubo del reactor se mantuvo a 1871,1°C. El queroseno-diesel se disoció en negro de humo e hidrógeno. Las medidas de conductividad térmica indicaron que el gas efluente estaba constituido por más  
15 de 98% en moles de hidrógeno.

C. GASOIL. Se introdujo gasoil mezclado con negro de humo en el reactor de pared fluida a un caudal de 0,19 litros por minuto. Cuando se mantuvo el tubo del reactor a 1871,1°C, el gasoil se disoció en negro de humo e hi-  
20 drógeno, y cuando éste último se separó del negro de humo, se encontró que estaba constituido por 98% en moles de hidrógeno puro, basado en medidas de conductividad térmica. Cuando la temperatura del tubo del reactor se rebajó a 1537,8°C, el efluente del reactor cambió desde un humo negro denso a una niebla gris clara, lo que indicaba que a la  
25

temperatura de reacción el gasóil se disociaba sólo parcialmente, probablemente en fracciones de hidrocarburos más ligeros y una pequeña cantidad de carbono.

5 D. ACEITE RESIDUAL Y ASFALTO. Se introdujo en el reactor de pared fluida aceite residual que contenía asfalto, a un caudal de 0,19 litros por minuto, disociándose por completo en negro de humo e hidrógeno cuando el tubo del reactor se mantuvo a 1871,1°C. El análisis de conductividad térmica del componente gaseoso de la corriente efluente indicó que esta estaba constituida por 10 más de 98% en moles de hidrógeno.

### EJEMPLO III

#### DISOCIACION TERMICA DE LA HULLA

15 Se analizó una muestra de hulla grasa de Utah, encontrándose que contenía 0,58% en peso de azufre y 8,55% en peso de cenizas. Se pulverizó la hulla hasta pasar por un tamiz de 297 micras de abertura y se introdujo como 20 alimentación en el reactor a aproximadamente 15,88 kg por hora. El tubo 61 del reactor se mantuvo a 1648,9°C y se protegió con una capa de protección de nitrógeno, que se hizo pasar a través de la pared porosa a un caudal de 141,5 25 litros normales/minuto. La hulla se disoció en negro de humo, productos gaseosos, y un coque ligero.

El negro de humo se diferenciaba del producido en el Ejemplo I por el hecho de que las partículas eran suficientemente grandes para poderse filtrar sin adición de agua. Se encontró que el negro de humo contenía 8,63% en peso de cenizas y 0,54% en peso de azufre. El producto gaseoso era una mezcla de hidrógeno y nitrógeno (el último, procedente del gas de protección), que contenía sólo 0,02% en moles de azufre, el cual estaba presente en forma de sulfuro de hidrógeno.

10 Aproximadamente el 62% en peso del material de partida se convirtió en coque. Este coque era extremadamente ligero y poroso; su densidad era sólo el 35% de la densidad de la hulla a partir de la cual se había obtenido. Recién preparado, el coque se oxidaba espontáneamente al aire para convertirse en cenizas en menos de 12 horas, 15 lo que indicaba que tenía una elevada actividad superficial. Cuando se dejó permanecer el coque a la temperatura ambiente en una atmósfera de nitrógeno durante la noche, no se observó evidencia alguna de actividad superficial y 20 no se oxidó espontáneamente cuando se expuso subsiguientemente al aire. El examen microscópico del coque demostró que el mismo estaba constituido por glóbulos esféricos huecos y de pequeño tamaño de una sustancia semejante al vidrio. El análisis químico indicó que el coque contenía 25 8,27% en peso de cenizas y 0,70% en peso de azufre.

#### EJEMPLO IV

#### REFORMACION CON VAPOR DE AGUA Y GASIFICACION DE LA HULLA

Una muestra de hulla procedente de Carbon  
5 County, Utah, que contenía cenizas con un contenido eleva-  
do de caliza, se analizó y se encontró que contenía 0,60%  
en peso de azufre. Se pulverizó la hulla hasta que pasó  
por un tamiz de 297 micras de abertura y se introdujo como  
alimentación en el reactor a aproximadamente 4,74 kg por  
10 hora. Se introdujo simultáneamente en el reactor vapor de  
agua a una temperatura de 121,1°C y a un caudal de 9,07 kg  
por hora. El tubo 61 del reactor se mantuvo a 1871,1°C y  
se protegió mediante una capa protectora de hidrógeno que  
se hizo pasar a través de la pared porosa a un caudal de  
15 141,5 litros normales/minuto. Se observó que brotaba un  
vapor blanco y denso por la salida del reactor. No se ob-  
servó evidencia alguna de que se hubiese producido canti-  
dad alguna de negro de humo o de ningún otro residuo pesa-  
do. No se encontró cantidad alguna de ceniza ni otro mate-  
20 rial sólido en la tolva localizada directamente bajo la sa-  
lida del tubo del reactor, lo que indicaba que la totalidad  
del residuo sólido contenido en la hulla había sido arras-  
trada en el producto gaseoso.

Los productos sólidos se separaron de la co-  
25 rriente efluente por filtración y el gas remanente se secó

, antes de ser analizado con un espectrómetro de masas. Los resultados del análisis, despreciando el aire, son como sigue (dándose las concentraciones en porcentajes en moles): Nitrógeno (0,051%); monóxido de carbono (7,563%); sulfuro de hidrógeno (no se observó cantidad alguna); disulfuro de carbono (no se observó cantidad alguna); dióxido de carbono (0,277%); hidrógeno (89,320%); metano (1,537%); otros hidrocarburos, tales como benceno, acetileno, etc. (1,253%).

El producto gaseoso de esta reacción es adecuado como combustible. Además, no se observó componente alguno que contuviese azufre en el análisis, aun cuando el espectrómetro de masas era capaz de detectar compuestos de azufre en concentraciones tan bajas como 10 partes por millón. Esto indicaba que prácticamente la totalidad del azufre inicialmente presente en la hulla había sido retenida en las partículas sólidas que se separaron por filtración de la corriente efluente.

EJEMPLO V  
REFORMACION CON VAPOR DE AGUA Y GASIFICACION DE ESQUISTO  
BITUMINOSO

Una muestra de esquisto bituminoso de Green River, obtenida de un yacimiento próximo a Rifle, Colora-

do, se pulverizó hasta hacerla pasar por un tamiz de 149 micras de abertura. La muestra se analizó para determinar los diversos materiales carbonosos presentes en el esquisto bituminoso. Cloruro de metileno a la temperatura ambiente extrajo 0,93% en peso del esquisto. La muestra se analizó ulteriormente por calentamiento de una porción de ella al aire y observación de la pérdida de peso en función de la temperatura. Los resultados de tal análisis ulterior fueron como sigue:

10

	<u>Intervalo de temperatura.</u>	<u>Pérdida de peso, %</u>	<u>Observaciones</u>
	20° - 500°C	11,60	Destilación de materias volátiles
15	500° - 780°C	2,50	Oxidación de carbono.
	780° - 1200°C	12,00	Descarboxilación de CaCO <sub>3</sub>

A partir de estas determinaciones se estimó que el esquisto bituminoso estaba compuesto por 15% en peso de materia orgánica y 27,3% en peso de piedra caliza como CaCO<sub>3</sub>. El 57,7% en peso restante se supuso que era material silíceo.

La muestra pulverizada se introdujo en el reactor a una velocidad de 17,24 kg por hora. Simultáneamente se introdujo como alimentación al reactor vapor de agua a

25

, un caudal aproximado de 9,07 kg por hora. El vapor de agua se encontraba a una temperatura de 121,1°C a la entrada del reactor. Se mantuvo el tubo a una temperatura de 1704,4°C, e hidrógeno, inyectado a través de la pared porosa a un caudal de 141,5 litros normales/minuto, sirvió como gas de protección. Un vapor blanco como el vapor de agua brotó por el extremo de salida del tubo. La temperatura de esta corriente de vapores se encontró que era 521,1°C inmediatamente debajo de la salida del reactor.

Se produjo también un material sólido de cenizas que cayó en la tolva situada bajo el tubo de reactor. Las cenizas estaban constituidas principalmente por bolitas de vidrio fundido de diversos colores. Se analizó este material para determinar su contenido en materia carbonosa residual pulverizándolo y realizando el mismo análisis de pérdida de peso en función del calentamiento realizado sobre el esquisto bituminoso original. No se observó pérdida de peso alguna por calentamiento desde 500°C a 780°C, lo que indicaba que nada de la materia orgánica presente en el esquisto original había quedado en el material que constituía las cenizas. Se observó una pérdida de peso del 14% por calentamiento de las cenizas sólidas desde 780°C hasta 1200°C, lo que indicaba que la mayor parte del carbonato de calcio presente en la muestra original quedaba en las cenizas y que algo de este carbonato de calcio había

5 sufrido descarboxilación durante la reacción. El tratamiento de las cenizas con HCl 0,1 N dió como resultado el desprendimiento de sulfuro de hidrógeno y dióxido de carbono, lo que indicaba que cualquier cantidad de azufre que hubiese estado presente en la muestra original se encontraba también al menos en parte en las cenizas.

10 El componente gaseoso del efluente del reactor se secó y se analizó a continuación con un espectrómetro de masas. Los resultados expresados en moles por ciento, fueron como sigue: hidrógeno (87,86%); metano (0,74%); acetileno (0,07%); etileno (0,39%); nitrógeno (1,24%); monóxido de carbono (8,70%); hidrocarburos mezclados (0,04%); dióxido de carbono (0,016%); benceno (0,016%); tolueno (0,002%); y sulfuro de hidrógeno (menos de 0,0005%). Este gas es adecuado para uso como combustible pobre en azufre.

20 EJEMPLO VI  
REFORMACION CON VAPOR DE AGUA Y GASIFICACION DE FANGOS DE  
ALCANTARILLAS

25 Una muestra de fangos de alcantarillado activados, constituida por desechos humanos desecados mezclados con aglutinante de arcilla silíceo y nodulizada a un

tamaño de partícula de aproximadamente 2 mm, se analizó y se encontró que tenía la composición siguiente (expresándose las concentraciones en porcentajes en peso): carbono orgánico (33,21%); hidrógeno orgánico (4,38%); nitrógeno orgánico (6,04%); azufre orgánico (0,23%); agua (6,14%); y residuo inorgánico (50%).

Se introdujo el fango en el reactor a un ritmo de 24,49 kg por hora. Se añadieron en total 11,34 kg. Se introdujo simultáneamente en el reactor vapor de agua a 121,19°C a un caudal de 24,95 kg por hora, que era aproximadamente el doble de la cantidad estequiométrica para la reacción del gas de agua. Se inyectó hidrógeno a través de la pared porosa a un caudal de 141,5 litros normales/minuto. La temperatura del reactor se mantuvo en 2065,6°C.

Los productos de la reacción consistían en una niebla blanca y densa, y un residuo sólido. El residuo, que se recogió en un colector situado bajo el tubo del reactor, pesaba 6,80 kg y correspondía al 60% en peso de los fangos activados. El residuo tenía la composición siguiente (expresándose las concentraciones en porcentajes en peso): carbono orgánico (12,88%); hidrógeno orgánico (1,69%); nitrógeno orgánico (2,34%); azufre orgánico (0,37%); agua (trazas); y residuo inorgánico (83%).

Una porción del efluente de vapores procedentes del reactor se condensó en un colector de nitrógeno

líquido. La muestra recogida en el colector se llevó a la temperatura ambiente y se encontró que tenía componentes líquidos y gaseosos. El punto de ebullición del líquido era 100°C, lo que indicaba que era agua. El componente gaseoso, que era adecuado para uso como combustible pobre en azufre, se analizó con un espectrómetro de masas y un cromatógrafo de gases, encontrándose que tenía la composición siguiente (expresándose las concentraciones en porcentaje en moles): hidrógeno (60,933%); amoníaco (0,0005%); metano (1,320%); agua (0,083%); acetileno (0,463%); etileno (0,304%); etano (0,102%); cianuro de hidrógeno (0,281%); nitrógeno (0,990%); monóxido de carbono (34,122%); oxígeno (0,0005%); argón (0,0078%); buteno (0,175%); butano (0,026%); dióxido de carbono (0,996%); benceno (0,100%); tolueno (0,019%); sulfuro de hidrógeno (0,0005%); y dicianógeno (0,008%).

#### EJEMPLO VII

#### PIROLISIS PARCIAL DE GASOIL

Para demostrar el uso del reactor de pared fluida en la pirólisis parcial de destilados de petróleo, se pirolizó parcialmente un producto base para lubricantes ligeros o "gasoil". Este destilado de petróleo particular se caracterizaba por el siguiente análisis de destilación:

	<u>Temperatura (°C)</u>	<u>% Destilado</u>
	78,9	0
	200,0	10
	220,0	20
5	230,0	30
	250,0	40
	270,0	50
	277,8	60
	277,8	70
10	280,0	80
	280,0	90

El gasoil se introdujo en el tubo del reactor en forma de una niebla por atomización del mismo a través de una boquilla de nebulización. Se empleó hidrógeno como gas de atomización, así como para formar la pared fluida. Adicionalmente, se introdujo hidrógeno en el extremo de entrada del tubo del reactor a través de una entrada de gas de barrido para arrastrar la niebla de gasoil a lo largo del tubo.

El tubo del reactor se calentó inicialmente a 1871,1°C, introduciéndose aproximadamente 141,5 litros normales/minuto de hidrógeno en la cámara de sobrepresión para formar la pared fluida, e introduciéndose aproximadamente 141,5 litros normales/minuto de hidrógeno por la en-

trada del gas de barrido. El gasoil se introdujo después en el tubo del reactor a aproximadamente 0,95 litros por minuto, utilizando aproximadamente 141,5 litros normales/minuto de hidrógeno para el gas de atomización. La temperatura de la corriente efluente inmediatamente debajo de la salida del reactor se ajustó a aproximadamente 438°C, rebajando la temperatura del tubo del reactor a 1426,7°C. Antes de que se tomaran las muestras, se dejó tiempo para que se estabilizase el reactor en estas condiciones de funcionamiento.

Las muestras de la corriente efluente se recogieron por tres métodos, a saber (1) haciendo pasar una porción de la corriente efluente a través de un colector con nitrógeno líquido y recogiendo una muestra por congelación de la misma; (2) recogiendo muestras gaseosas de la corriente en una posición situada aguas abajo del colector de nitrógeno líquido; y (3) haciendo pasar una porción de la corriente a través de un condensador refrigerado con agua y recogiendo una fracción líquida. Se dejó que el material recogido en el colector de nitrógeno líquido se calentase a aproximadamente 10°C, y se recogieron después muestras de las fases líquida y vapor de este material a esta temperatura.

El líquido recogido en el condensador enfriado por agua se caracterizaba por el análisis de destilación

siguiente:

	<u>Temperatura (°C)</u>	<u>% Destilado</u>
	125°	0
5	255°	10
	283,9°	19
	310°	29
	325°	38
	326,1°	48
10	342,2°	58
	352,2°	67
	366,1°	77
	372,2°	87
	390,0°	95
15		

La muestra en fase líquida recogida en el colector de nitrógeno líquido se secó para separar el agua, y se analizó después, encontrándose que contenía xileno, estireno, tolueno, benceno, pentano, pentadieno, ciclopentadieno, buteno, butadieno, propileno, metil-acetileno, metil-naftaleno, naftaleno, e hidrocarburos de peso molecular superior. El componente gaseoso del material recogido en el colector de nitrógeno líquido se secó y se analizó con un espectrómetro de masas y un cromatógrafo de gases. Después de efectuar correcciones por la presencia de aire,

se encontró que dos muestras de este componente gaseoso tenían la composición media siguiente (expresándose las concentraciones en porcentajes en moles): hidrógeno (88,23%); metano (4,62%); etileno (3,09%); propileno (1,22%); acetileno (0,55%); etano (0,41%); buteno (0,36%); benceno (0,35%); butadieno (0,31%); dióxido de carbono (0,14%); pentadieno (0,13%); penteno (0,13%); propano (0,12%); monóxido de carbono (0,12%); ciclopentadieno (0,10%); metil-pentadieno (0,06%); ciclohexano (0,03%); butano (0,03%); metil-acetileno (0,02%); y tolueno (0,02%).

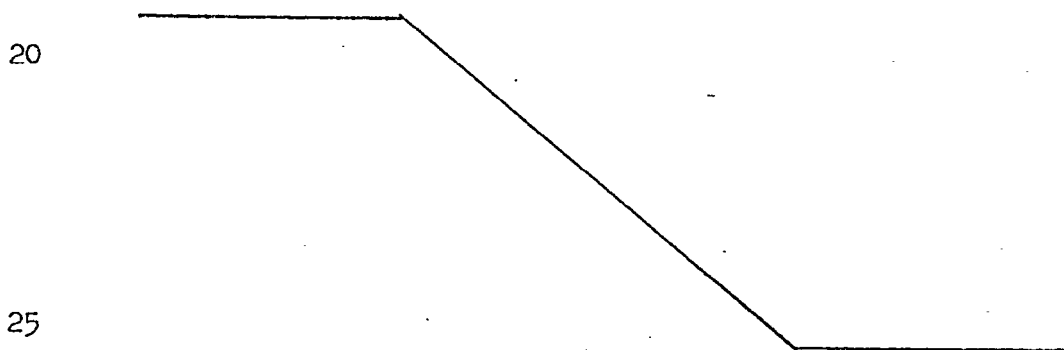
#### EJEMPLO VIII

##### REFORMACION PARCIAL CON VAPOR DE AGUA DE GASOIL

Un gasoil idéntico al utilizado en el Ejemplo VII se reformó parcialmente con vapor de agua en el reactor de pared fluida en dos operaciones sustancialmente idénticas. En cada una de estas operaciones, el gasoil se introdujo en el reactor en forma de una niebla por atomización del mismo en una boquilla de nebulización. Se empleó hidrógeno como capa de fluido de protección, como gas de barrido, y como gas de atomización a un caudal de aproximadamente 141,5 litros normales/minuto para cada finalidad.

En ambas operaciones, el tubo del reactor se calentó inicialmente a 1815,6°C, introduciéndose hidrógeno en la entrada de gas de barrido y en la cámara de sobrepresión a aproximadamente los caudales a utilizar en la operación. Se introdujo después en el reactor el gasoil a aproximadamente 0,95 litros por minuto junto con vapor de agua a aproximadamente 1,81 kg por minuto, lo que correspondía a una proporción molar de carbono a vapor de agua de aproximadamente 1,0:1,6. Bajo la carga térmica del gasoil y el vapor de agua, la temperatura del reactor descendió a 1593,3°C. La temperatura de la corriente efluente inmediatamente debajo de la salida era aproximadamente 454°C. Se recogieron muestras y se trataron de la misma manera que en el Ejemplo VII.

El líquido recogido en el condensador enfriado con agua en la primera operación se caracterizaba por el análisis de destilación siguiente:



	<u>Temperatura (°C)</u>	<u>% Destilado</u>
	250°	0
	305°	10
	325°	20
5	335°	30
	335°	40
	343,9°	50
	356,1°	60
	362,2°	70
10	362,2°	80
	380,0°	90

En la segunda operación, una muestra del componente líquido recogida en el colector de nitrógeno líquido se calentó a 10°C, se secó a continuación para eliminar el agua, y luego se analizó cualitativamente. Se encontró que la muestra resultante contenía tolueno, benceno, penteno, pentadieno, ciclopentadieno, buteno, butadieno, naftaleno, xileno, estireno, e hidrocarburos de peso molecular superior. La porción de la muestra original procedente del colector de nitrógeno líquido que era volátil a 10°C, se secó y se analizó con un cromatógrafo de gases y un espectrómetro de masas, encontrándose que tenía la composición siguiente después de corregir por la presencia de aire (expresándose las concentraciones en porcentajes en moles):

5 etileno (36,85%); propileno (23,22%); acetileno (8,56%);  
etano (7,99%); hidrógeno (4,41%); buteno (4,41%); buta-  
dieno (3,50%); propano (2,47%); metano (2,10%); metil-ace-  
tileno (1,98%); benceno (1,56%); pentadieno (0,62%); pen-  
teno (0,62%); ciclopentadieno (0,49%); dióxido de carbono  
(0,37%); butano (0,25%); metil-pentadieno (0,25%); ciclo-  
hexano (0,13%); y tolueno (0,04%).

#### EJEMPLO IX

10

#### DISOCIACION TERMICA DEL SERRIN DE MADERA

15 Serrín de madera, un subproducto típico que  
contiene lignina, se disoció térmicamente en el tubo 61  
del reactor a una temperatura de 1871,1°C, mientras que se  
hizo pasar hidrógeno a través de la pared porosa del tubo  
a un caudal de 141,5 litros normales/minuto. Se introdujo  
el serrín de madera como alimentación en el reactor a una  
velocidad de aproximadamente 22,68 kg por hora. Los pro-  
ductos de la pirólisis estaban constituidos por negro de  
20 humo finamente dividido similar al producido por la disocia-  
ción de metano, productos gaseosos procedentes de la diso-  
ciación de los compuestos volátiles, y un carbón residual  
de textura porosa en el que la estructura fibrosa de la ma-  
dera original estaba esencialmente intacta.

25

#### EJEMPLO X

## ABRASIVOS DE CARBURO DE SILICIO A PARTIR DE SILICE

5 Arena de sílice, que tenía una distribución de tamaños de partícula comprendida dentro del intervalo de 297 a 149 micras, se introdujo en el tubo 6l del reactor a través de la entrada 121 a un ritmo de 4,54 kg por hora. Se añadió simultáneamente metano al tubo del reactor a través de la entrada 91 a un caudal de 28,3 litros normales/minuto. La temperatura del tubo del reactor se mantuvo a 1871,1°C. Se inyectó nitrógeno en el tubo del reactor a través de la pared porosa a un caudal de 141,5 litros normales/minuto para formar la pared fluida. Un material en polvo cayó del tubo del reactor y se recogió en una tolva situada bajo el mismo.

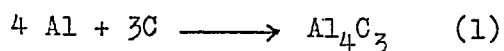
15 El producto en polvo era suficientemente abrasivo para rayar fácilmente el vidrio, lo que indicaba que aquél contenía carburo de silicio. Un examen microscópico del polvo realizado después, demostró que estaba constituido por esferas de dióxido de silicio recubiertas con un revestimiento compuesto de carbono amorfo y laminillas delgadas de carburo de silicio cristalino.

### EJEMPLO XI

#### PRODUCCION DE CARBURO DE ALUMINIO

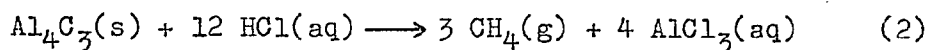
25 Se preparó una mezcla estequiométrica de polvo

de aluminio y carbono elemental para la reacción anticipada:



5

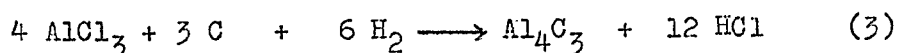
Se introdujo esta mezcla en el reactor a una velocidad de aproximadamente 4,54 kg por hora. El tubo 6l del reactor se mantuvo a 1871,1°C, y se hizo pasar hidrógeno a través de la pared porosa del tubo del reactor a un caudal de 10 141,5 litros normales/minuto. La reacción produjo un material amorfo de color gris pardo, que se recogió en un colector situado bajo el tubo del reactor. Una muestra del producto gris pardo se mezcló con HCl 0,1 N. Se desprendió un gas que ardía con la llama amarilla característica del metano, lo que indicaba que se había producido la reacción siguiente entre el producto y el ácido clorhídrico: 15



20

La muestra se disolvió por completo en el ácido clorhídrico, produciéndose una solución clara. Como el carbono elemental utilizado como materia de partida es insoluble en HCl 0,1 N, esto indicaba que el aluminio y el carbono habían reaccionado cuantitativamente en el reactor de pared fluida para formar carburo de aluminio. 25

Para comprobar la factibilidad de la producción de carburo de aluminio en el reactor de pared fluida a partir de cloruro de aluminio y carbono, se puso  $\text{AlCl}_3$  anhidro en un crisol de carbono y se calentó hasta que sublimó aquél. El vapor de cloruro de aluminio se mezcló en una corriente de hidrógeno, y la corriente resultante se hizo pasar luego sobre un lecho de negro de humo. Se enfocó una lámpara de imagen de arco sobre la superficie del lecho de carbono y se calentó un área del lecho a  $998,9^\circ\text{C}$ , temperatura que se midió con un pirómetro óptico. Se formaron pequeños cristales de color anaranjado inmediatamente aguas abajo de la zona calentada, lo que indicaba que el cloruro de aluminio había reaccionado con carbono e hidrógeno para producir carburo de aluminio y cloruro de hidrógeno de acuerdo con la reacción siguiente:



Cuando los cristales de color anaranjado se añadieron a  $\text{HCl}$  0,1 N, se disolvieron aquéllos y se desprendió un gas que ardió con la llama amarilla característica del metano.

Dado que este procedimiento simulaba lo que podía suceder en el reactor de pared fluida por reacción

del cloruro de aluminio con carbono e hidrógeno (producidos por disociación térmica de un hidrocarburo gaseoso o líquido), esto sugiere un nuevo enfoque para la fabricación de metano por (1) reacción de cloruro de aluminio con un material hidrocarbonoso poco costoso para formar carburo de aluminio y cloruro de hidrógeno, y (2) enfriamiento brusco del producto de la reacción en agua de tal modo que el ácido clorhídrico acuoso resultante hidrolice el carburo de aluminio para producir metano y cloruro de aluminio que, a su vez, puede recircularse al procedimiento.

#### EJEMPLO XII

#### REDUCCION DEL OXIDO FERRICO CON HIDROGENO

15

Para demostrar la utilidad del reactor de pared fluida para la reducción de menas metálicas, se introdujo óxido férrico puro (pasado por un tamiz de 149 micras de abertura) como alimentación al reactor a un ritmo de 15,92 kg por hora al mismo tiempo que se hacía pasar hidrógeno a través de la pared porosa a un caudal de 141,5 litros normales/minuto. El hidrógeno servía, por lo tanto, para formar la pared fluida y como agente reductor del óxido de hierro. El tubo del reactor se mantuvo a una temperatura de 1871,1°C, medida por enfoque de un pirómetro óptico

25

sobre la pared interior incandescente del tubo. Se encontró que la temperatura de las sustancias reaccionantes en el tubo del reactor era de 1510°C, medida con el pirómetro óptico. Se produjo un polvo gris que se recogió en la tolva situada bajo el tubo del reactor. La temperatura de la corriente efluente inmediatamente debajo de la salida del reactor se encontró que era de 315,6°C.

El producto era polvo de hierro puro, que tenía a ser pirofórico a temperaturas de aproximadamente 149°C recientemente preparado. Por observación del polvo con un microscopio se encontró que el mismo estaba constituido por partículas esféricas pequeñas, lo que indicaba que el hierro se había encontrado en estado de fusión durante su paso a través del tubo del reactor.

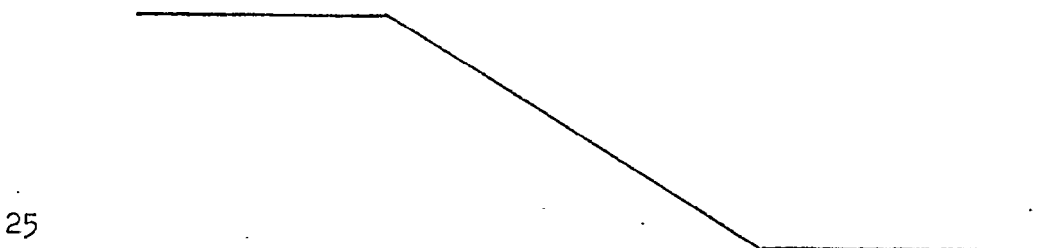
#### EJEMPLO XIII

#### DISOCIACION TERMICA DE SULFURO DE HIDROGENO Y METANO

Utilizando el reactor de pared fluida, se hizo reaccionar sulfuro de hidrógeno con el carbono formado in situ por la disociación térmica de metano, formándose así disulfuro de carbono e hidrógeno. Se llevaron a cabo operaciones a dos temperaturas diferentes, a saber, a 1635°C y a 1760°C. En ambos casos, las temperaturas se determinaron por enfoque de un pirómetro óptico sobre las sustancias

reaccionantes incandescentes contenidas en el tubo del reactor, siendo las partículas de carbono procedentes de la disociación del metano los principales constituyentes incandescentes de la mezcla de reacción. Se hizo pasar hidrógeno a través de la pared porosa del tubo del reactor a un caudal de 141,5 litros normales/minuto para servir como gas de protección. Se mezclaron sulfuro de hidrógeno a un caudal de 9,06 litros normales/minuto y metano a un caudal de 28,3 litros normales/minuto, y se introdujeron en el tubo del reactor. La mezcla de gases se encontraba a la temperatura ambiente al entrar en el tubo del reactor. Se añadió un blanco constituido por negro de humo para iniciar la reacción, aun cuando una vez que se inició la reacción, ésta se bastaba a sí misma y ya no era necesario más negro de humo.

Muestras del componente gaseoso de los productos resultantes de las dos operaciones se analizaron con un espectrómetro de masas. Los resultados de los análisis se dan en la tabla siguiente, expresándose las concentraciones en porcentajes en moles:



	<u>Compuesto</u>	<u>Temperatura de Reacción</u>	
		<u>1635°C</u>	<u>1760°C</u>
	Hidrógeno	83,974	88,560
	Metano	11,379	6,230
5	Acetileno	1,681	2,281
	Etileno	1,397	1,519
	Sulfuro de hidrógeno	1,021	0,813
	Dióxido de carbono	0,296	0,160
	Disulfuro de carbono	0,216	0,403
10	Benceno	0,036	0,034

Aunque todos y cada uno de los ejemplos que  
 anteceden se llevaron a cabo en el reactor de pared  
 fluida que se muestra en las FIGS. 2A-2B, pueden lograr-  
 se resultados mejores todavía utilizando el reactor de  
 pared fluida de las FIGS. 7A-7D, con modificaciones ade-  
 cuadas (en caso necesario) para la manipulación de mate-  
 riales de alimentación sólidos. El uso de sistemas de  
 control variable del procedimiento debe permitir que se  
 alcancen y se mantengan exactamente las condiciones de  
 funcionamiento óptimas. Si tales sistemas de control in-  
 corporan un ordenador digital, la búsqueda de las condi-  
 ciones óptimas de funcionamiento puede realizarse auto-  
 máticamente.

25

- REIVINDICACIONES -

5

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

15

20

25

1ª.- Un procedimiento de reacción química a temperatura elevada, caracterizado por las operaciones que comprenden: (i) generar una envolvente anular de un fluido inerte que es sustancialmente transparente a la radiación dentro de un revestimiento de un material refractario que refleja la radiación, constituyendo el volumen confinado por el revestimiento una cavidad de cuerpo negro, teniendo la envolvente una longitud axial sustancial y definiendo el interior de la envolvente una cámara de reacción; (ii) hacer pasar al menos una sustancia reaccionante al interior de la cavidad de cuerpo negro y a través de la cámara de reacción a lo largo de una trayectoria predeterminada sustancialmente coincidente con el eje longitudinal de la envolvente, estando confinadas las sustancias reaccionantes en el interior de la cámara de reacción; y (iii) dirigir energía

radiante de alta intensidad al interior de la cámara de  
reacción de tal manera que coincida con al menos una por-  
ción de la trayectoria predeterminada de las sustancias  
reaccionantes, siendo absorbida suficiente energía radian-  
te en el interior de la cámara de reacción para elevar la  
5 temperatura de las sustancias reaccionantes a un nivel re-  
querido para iniciar y mantener la reacción química de-  
seada.

2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivin-  
dicación 1ª, en el que la operación de generar una envol-  
vente anular de un fluido inerte comprende generar en el  
interior de un tubo de reactor en calidad de revestimiento  
de material refractario una envolvente anular de un fluido  
inerte que es sustancialmente transparente a la energía  
15 radiante para formar una capa de protección para la su-  
perficie radialmente interior del tubo del reactor.

3ª.- Un procedimiento de acuerdo con las rei-  
vindicações 1ª ó 2ª, en el que la envolvente anular se  
genera en una dirección generalmente perpendicular al eje  
de la envolvente y radialmente al interior de la superfi-  
cie circunferencial exterior de la envolvente.  
20

4ª.- Un procedimiento de acuerdo con las reivin-  
dicaciones 1ª ó 2ª, en el que se introduce un blanco ab-  
sorbente de energía radiante a lo largo de la trayectoria de  
25 las sustancias reaccionantes antes de la introducción de di-

chas sustancias reaccionantes en el tubo del reactor, siendo absorbida suficiente energía radiante por dicho blanco para elevar la temperatura en el núcleo al nivel requerido para iniciar la reacción química deseada.

5                    5ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4ª, en el que el blanco absorbente de energía radiante se desactiva después de iniciarse la reacción deseada.

10                   6ª.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª ó 2ª, en el que la energía radiante se dirige hacia una longitud finita de la trayectoria predefinida de las sustancias reaccionantes.

15                   7ª.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª ó 2ª, que incluye además enfriar los productos de la reacción y cualesquiera sustancias reaccionantes remanentes inmediatamente después que las sustancias reaccionantes han salido del tubo del reactor para terminar la reacción química deseada e impedir cualquier otra reacción química indeseable.

20                   8ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7ª, en el que los productos de la reacción y las sustancias reaccionantes remanentes se enfrían mediante transferencia de calor por radiación a una superficie fría absorbente de energía radiante.

25                   9ª.- Un procedimiento de acuerdo con la rei-

vindicación 7ª, que incluye además la operación de introducir un blanco absorbente de energía radiante a lo largo de la trayectoria de las sustancias reaccionantes antes de la introducción de dichas sustancias reaccionantes en el tubo del reactor, enfriándose los blancos absorbentes inmediatamente después de ello.

10ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que hidrocarburos o materiales hidrocarbonosos se disocian en hidrógeno y negro de humo.

11ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que hulla, fracciones de petróleo, esquisto bituminoso, arenas alquitranosas, lignito, o cualquier otro material de alimentación carbonoso o hidrocarbonoso se reforma con vapor de agua para dar mezclas de gas de síntesis que contienen monóxido de carbono e hidrógeno.

12ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11ª, en el que se añaden uno o más carbonatos u óxidos inorgánicos a las sustancias reaccionantes para reaccionar químicamente con los contaminantes que contienen azufre de tal modo que los mismos puedan separarse de las mezclas de gas de síntesis resultantes.

13ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11ª, en el que hidrocarburos o un material

hidrocarbonoso se disocian parcialmente para dar compuestos de peso molecular inferior.

5                   14ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que hidrocarburos saturados sufren pirólisis parcial para dar hidrocarburos insaturados.

10                   15ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que materiales orgánicos de desecho se convierten en un gas combustible.

15                   16ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que se añade un catalizador a las sustancias reaccionantes para favorecer la formación de radicales libres, iones carbonio o carbaniones durante la reacción.

                  17ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que un material de alimentación hidrocarbonoso que contiene azufre una desulfuración completa o parcial.

20                   18ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que menas minerales o compuestos inorgánicos se reducen a un estado de valencia inferior con hidrógeno, carbono, gas de síntesis u otro agente reductor.

25                   19ª.- Un procedimiento de acuerdo con cual-

quiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que un elemento o compuesto inorgánico se hace reaccionar parcial o completamente con un material carbonoso para formar el carburo inorgánico correspondiente.

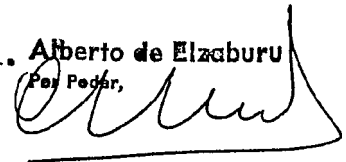
5                    20ª.- Un procedimiento de reacción química a temperatura elevada.

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.

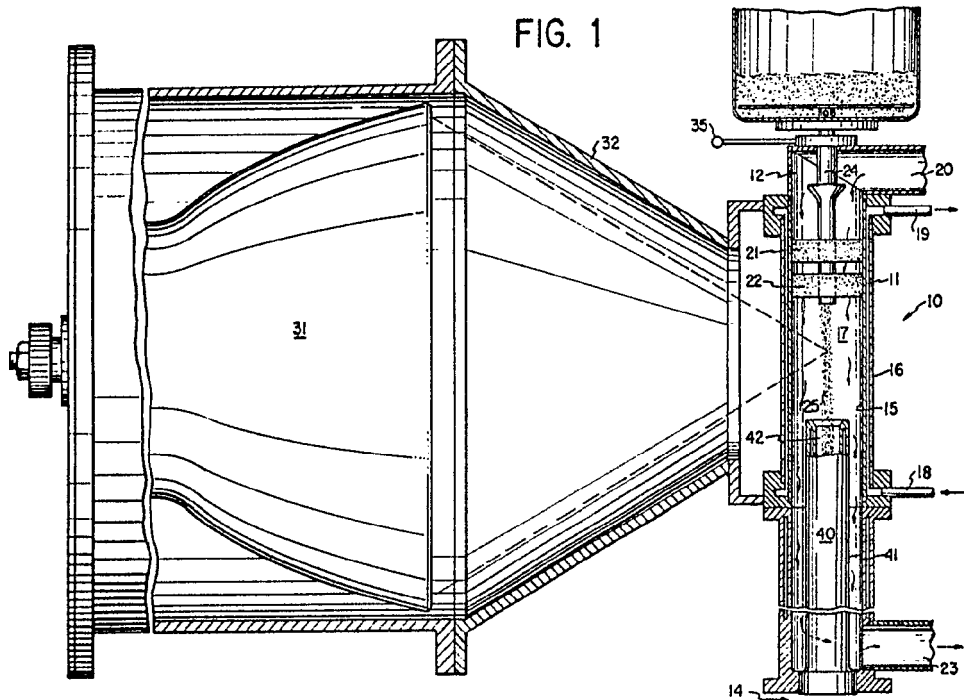
10                    Esta Memoria consta de ciento veintisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16. MAR 1977

P.A. Alberto de Elzaburu  
Fco. Pedar,



2010 ✓

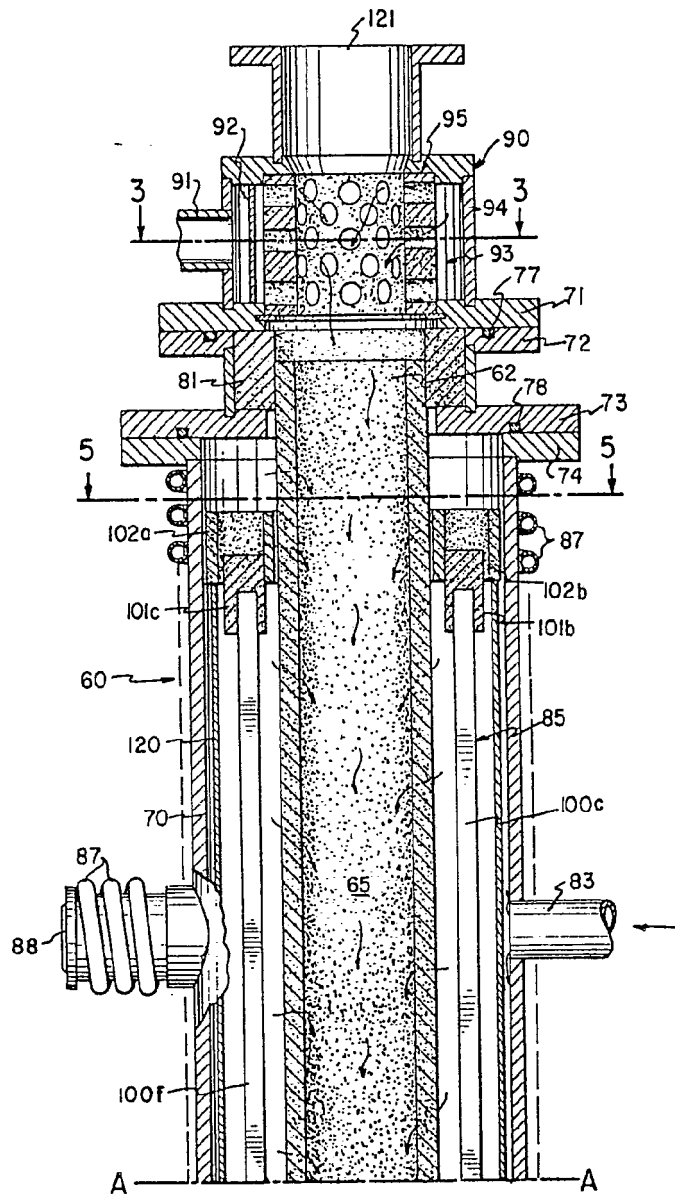


Alberto de Elizaburu

Por Poder.

1/2 10/11/11

FIG. 2A

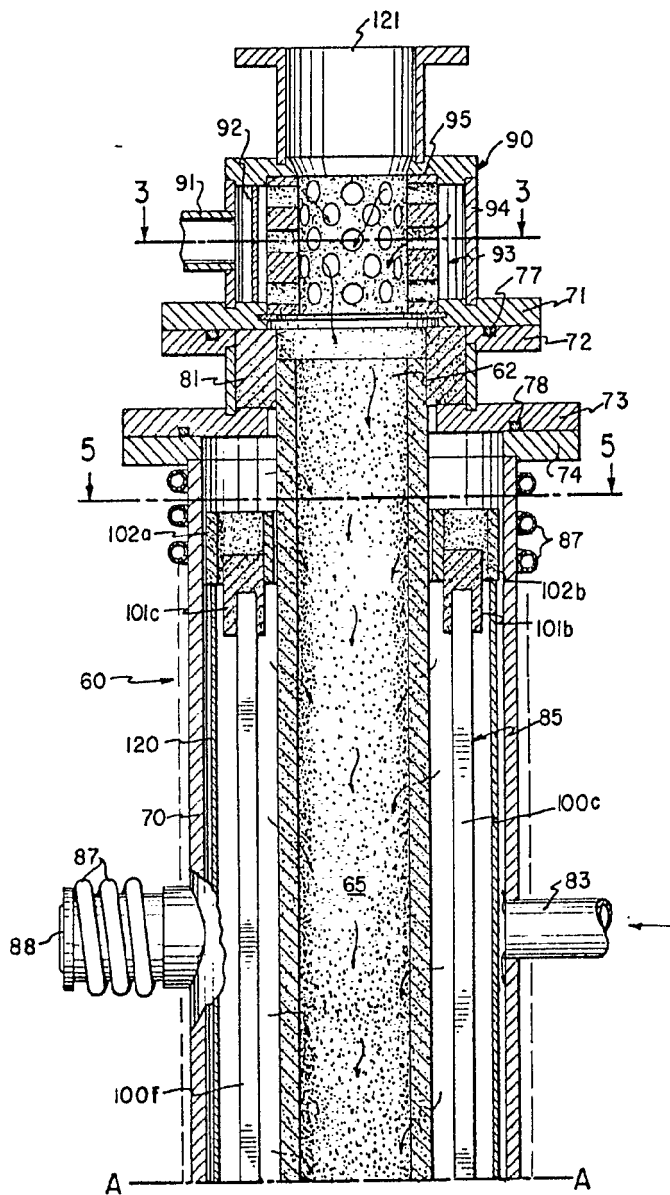


Alberto de Elizaburu

Por Poder

10/10/13

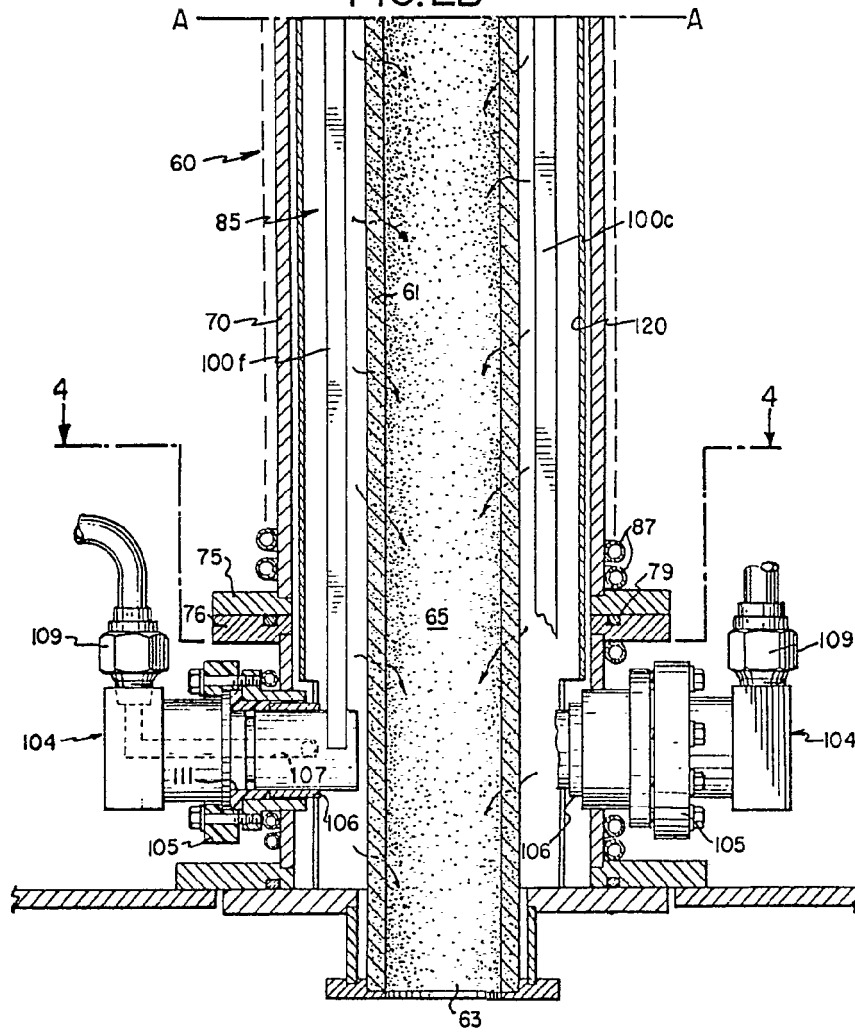
FIG. 2A



Alberto de Elzaburu

Por Poder

FIG. 2B

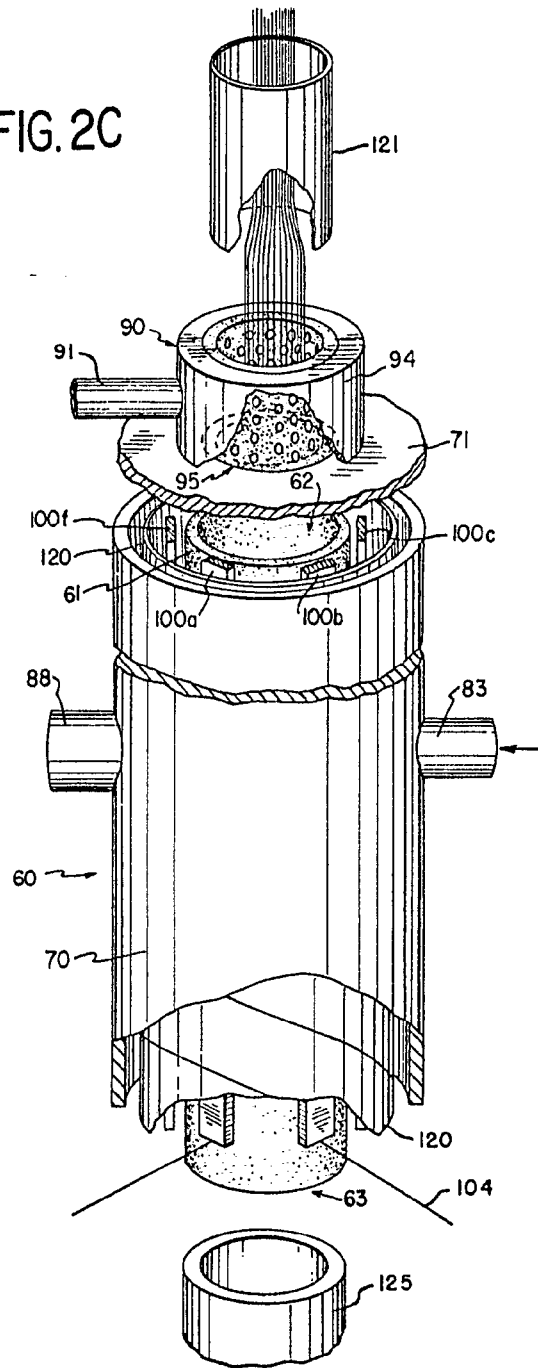


Alberto de Eizaburu

For Patent

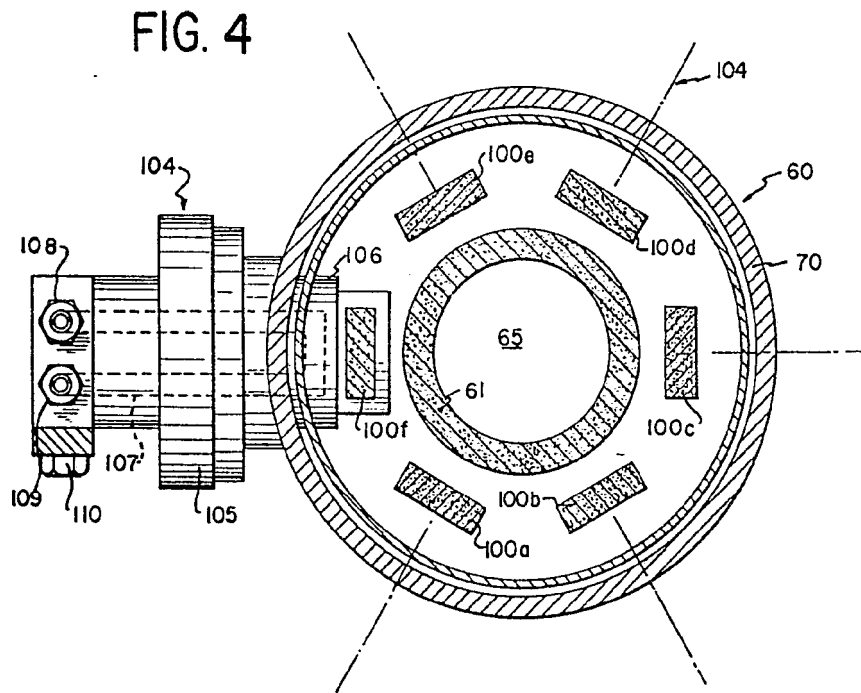
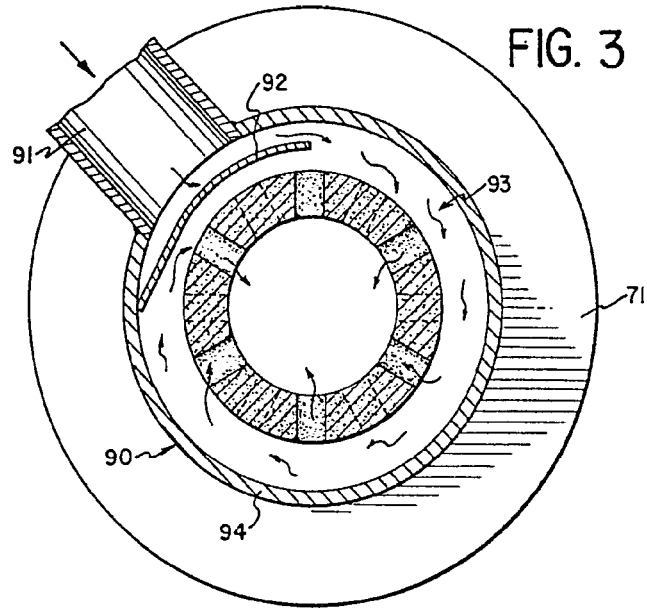
201405

FIG. 2C



Alberio de Elizapuru  
Por Poder

10100



Alberto de Elizaburu  
Por Poder

FIG. 5

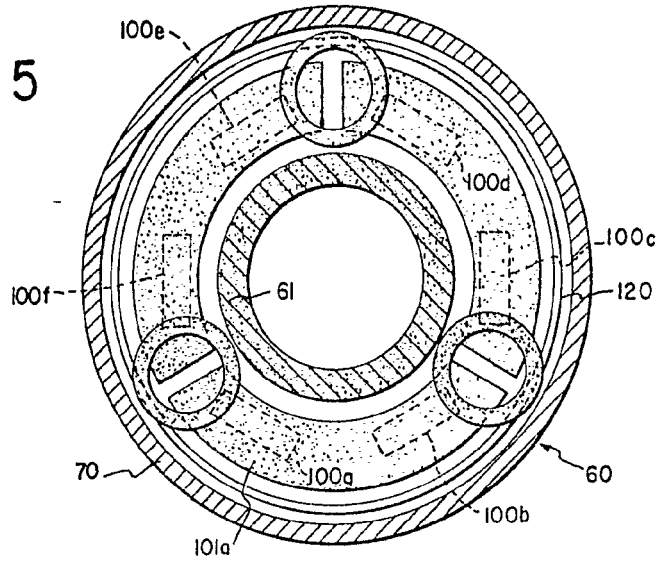
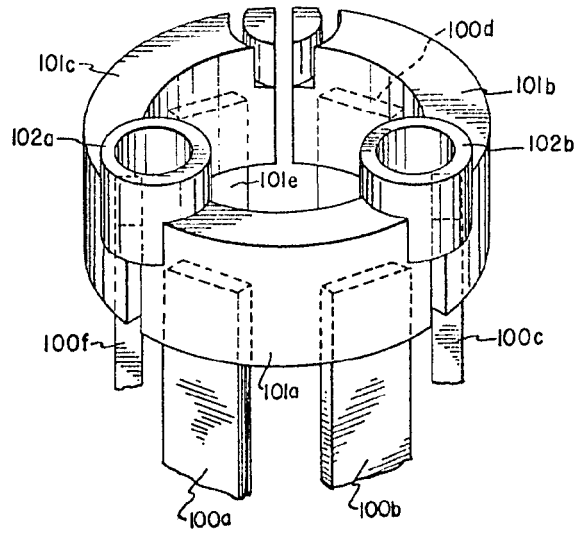


FIG. 6



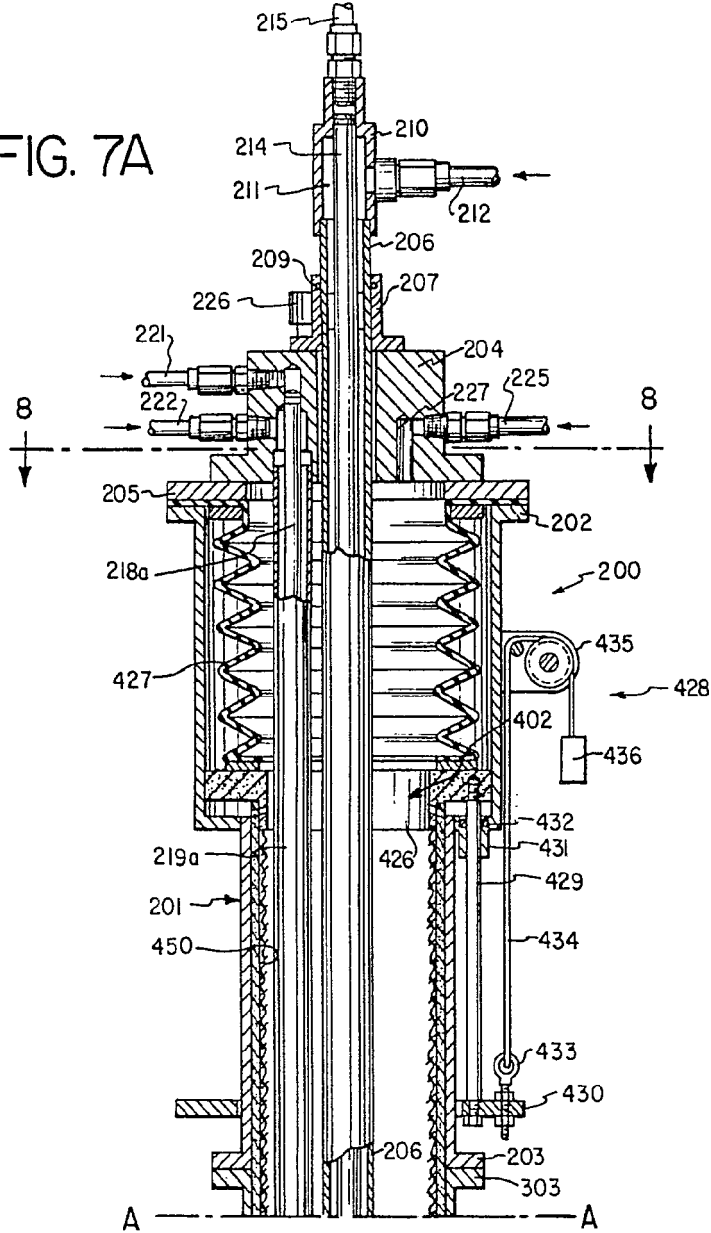
Alberto de Elizaburu

Por Poder



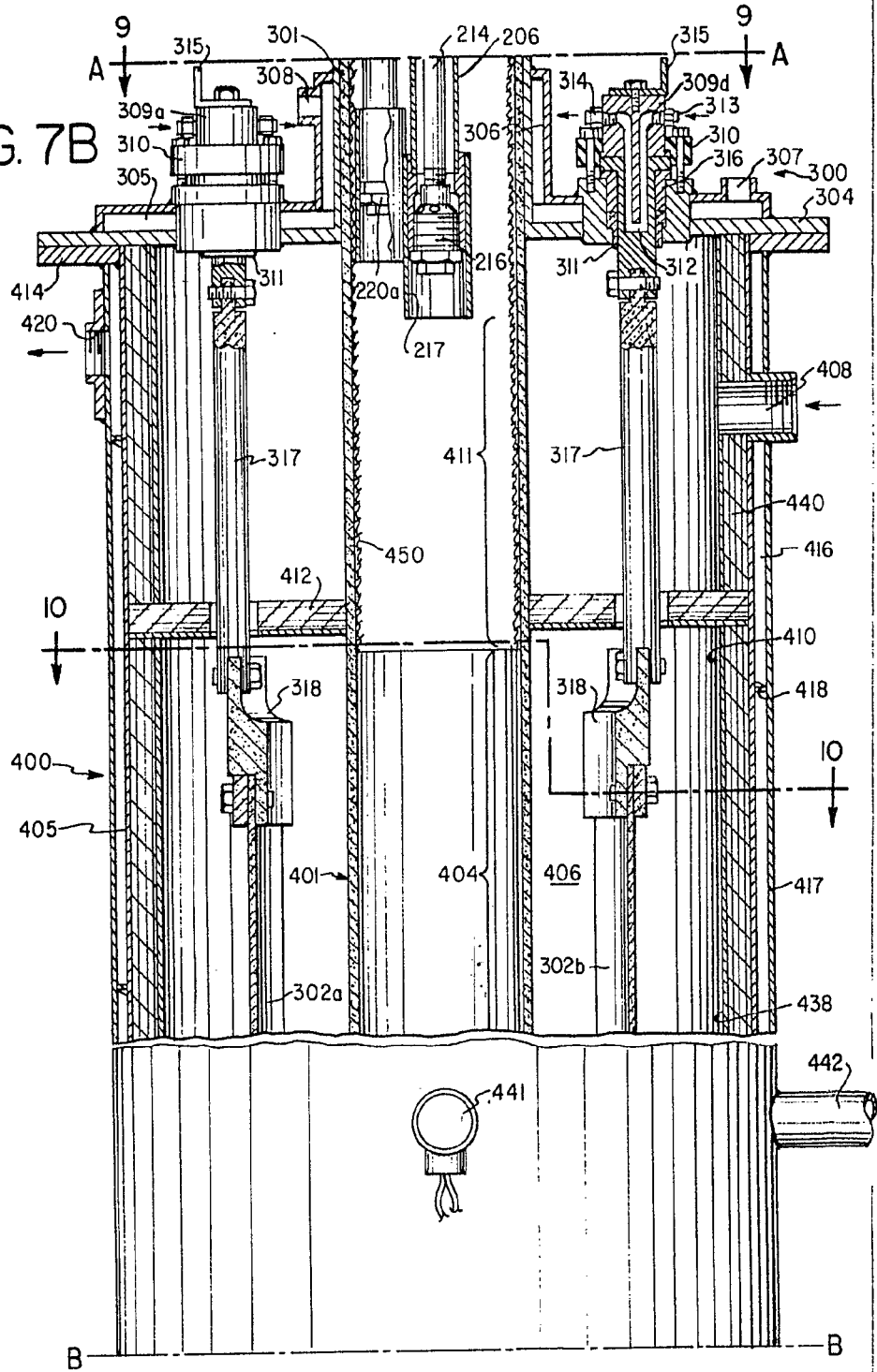
8 ABN.

FIG. 7A



*Aiderio de Silveira*  
FOR POWER

FIG. 7B



Alberto de Eizaburu

Por Poder

12/10/05

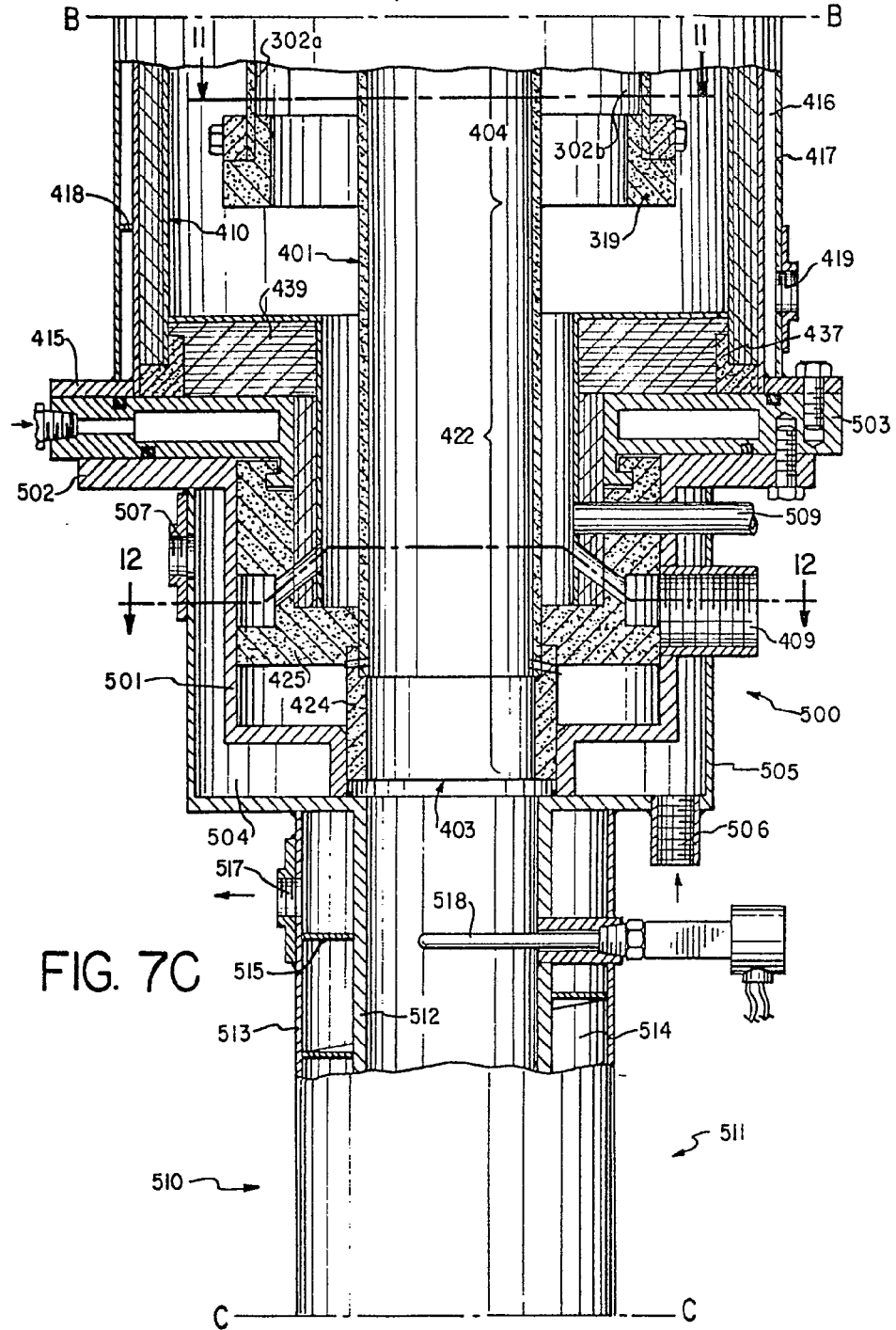
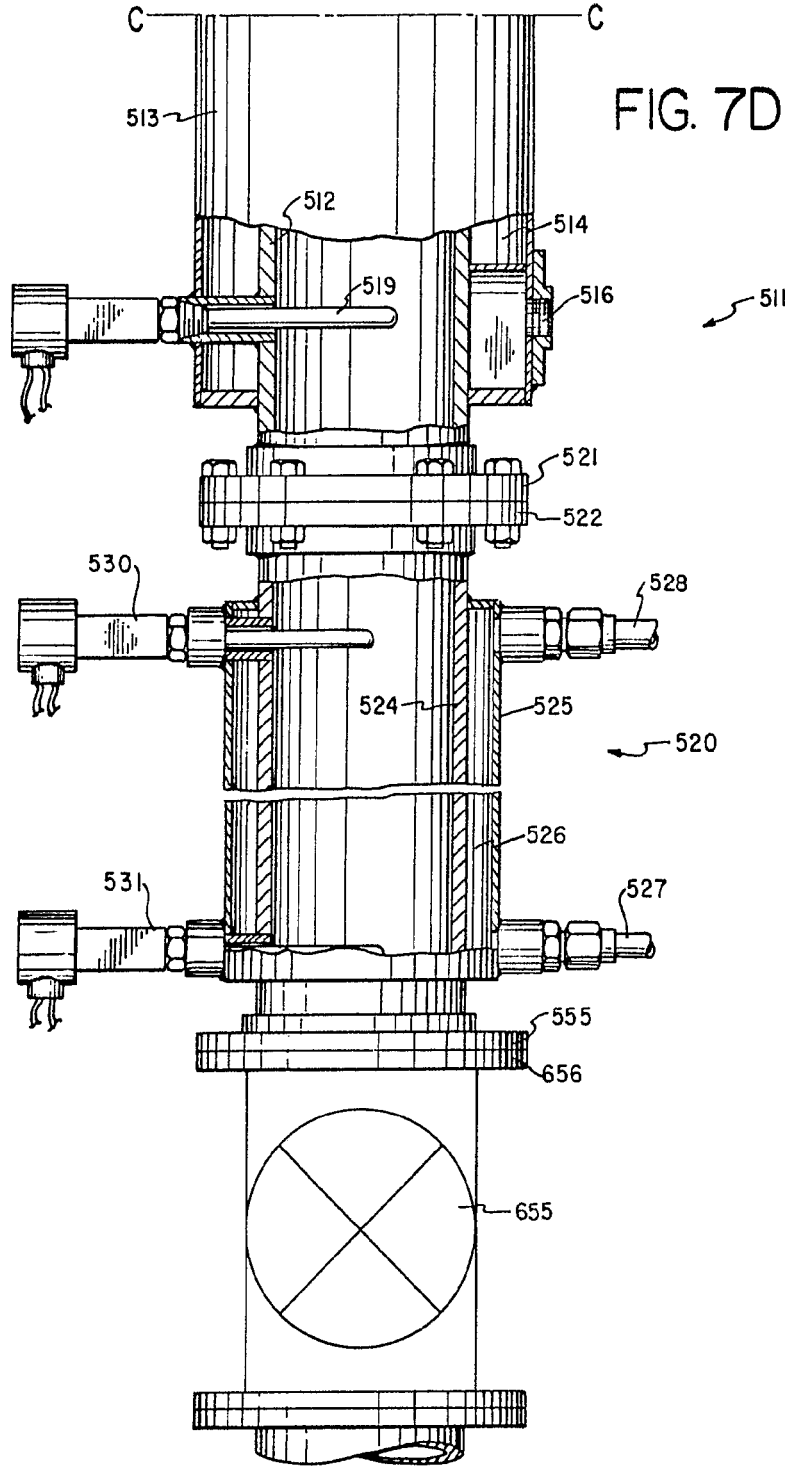


FIG. 7C

Alberto de Elzaburu

*[Handwritten signature]*



Alberto de Elizaburu

Per Fodan.



8 APR.

FIG. 10

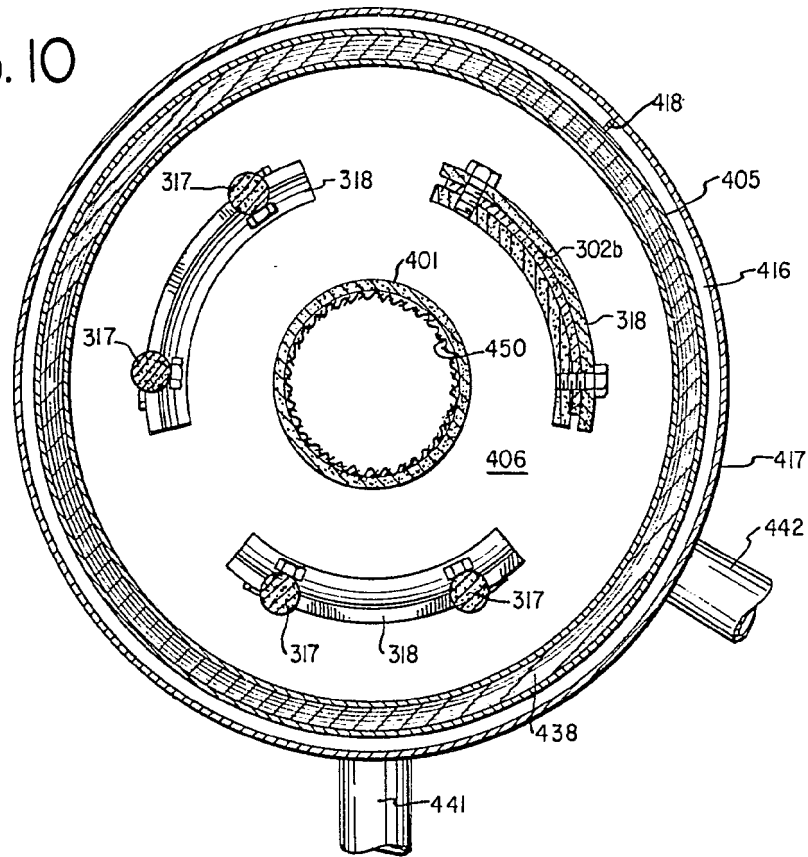
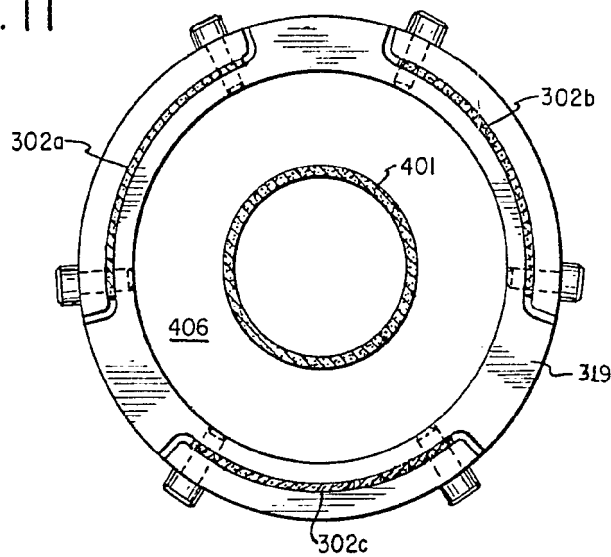


FIG. 11



Alberto de Elzaburu  
*Alberto de Elzaburu*

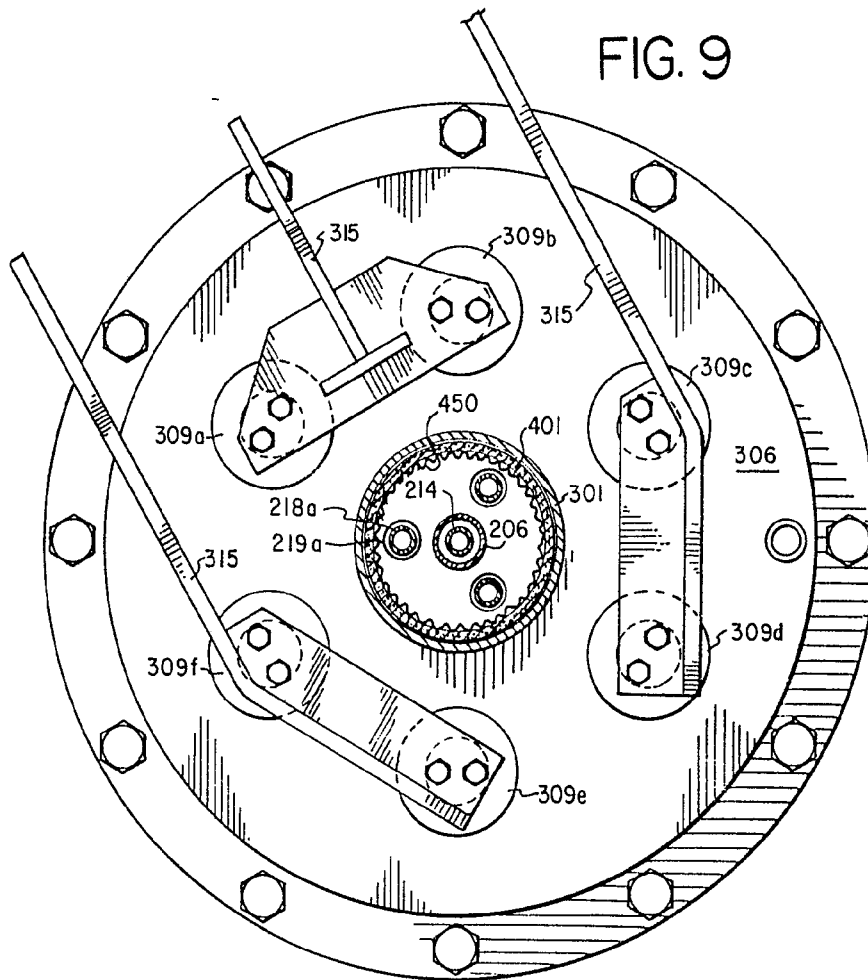


FIG. 9

Alberto de Eizaburu

For Patent

FIG. 10

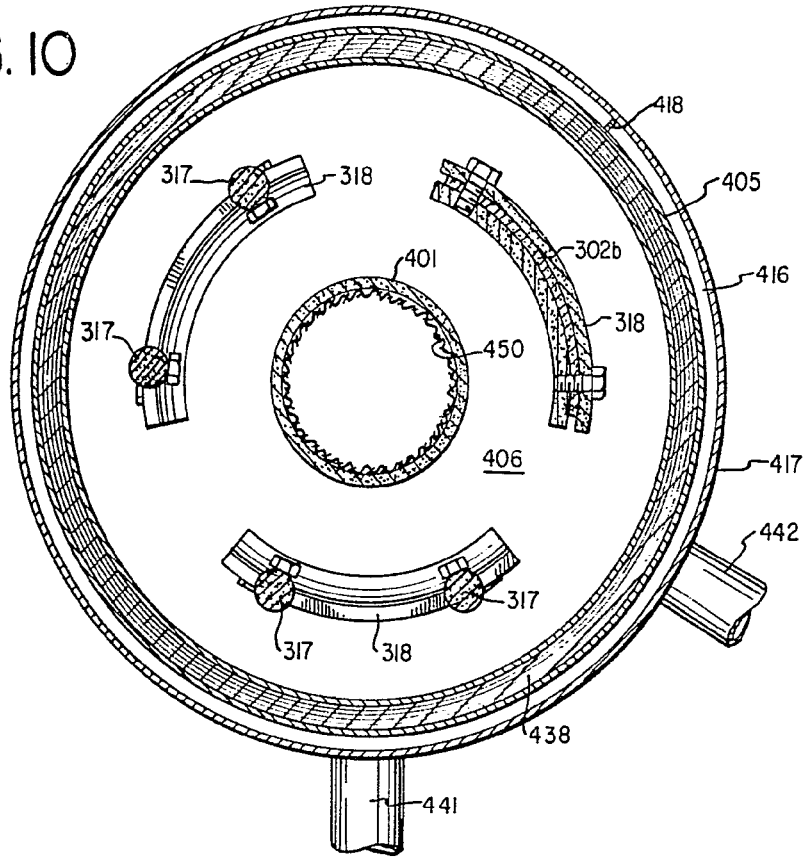
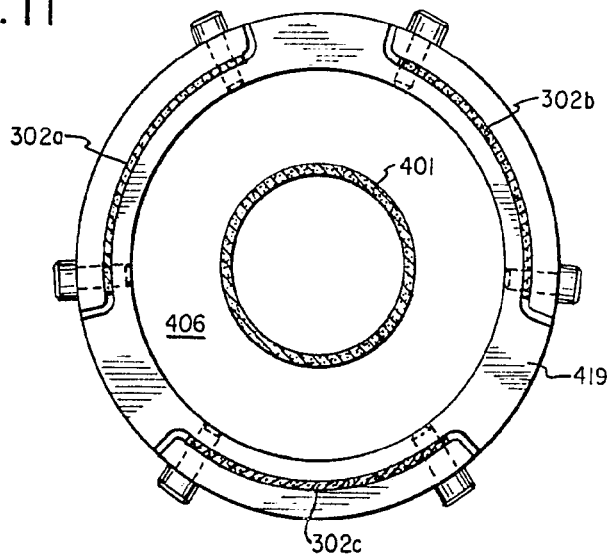


FIG. 11



Alberto de Elizaburu

Por Poder.

161405

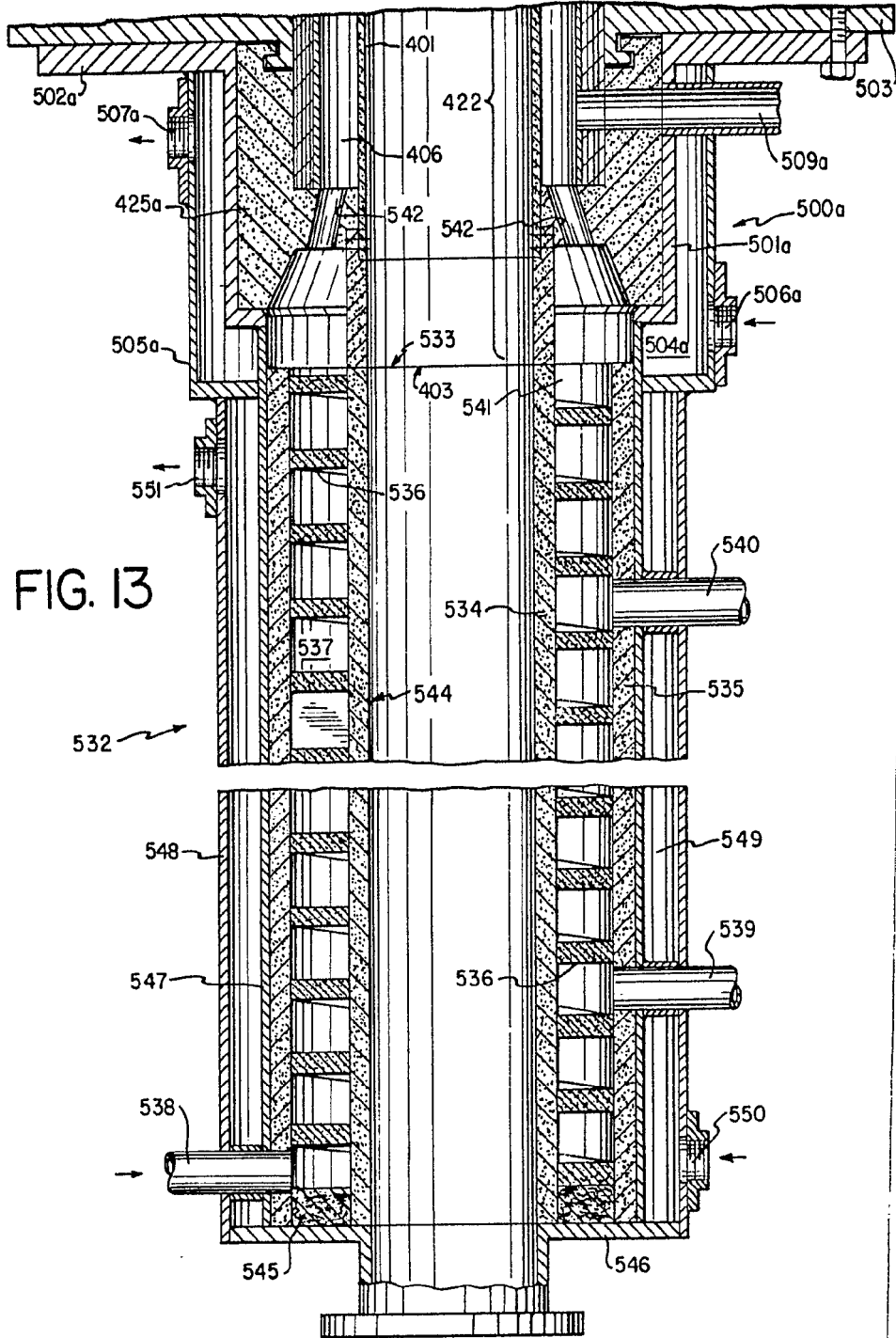


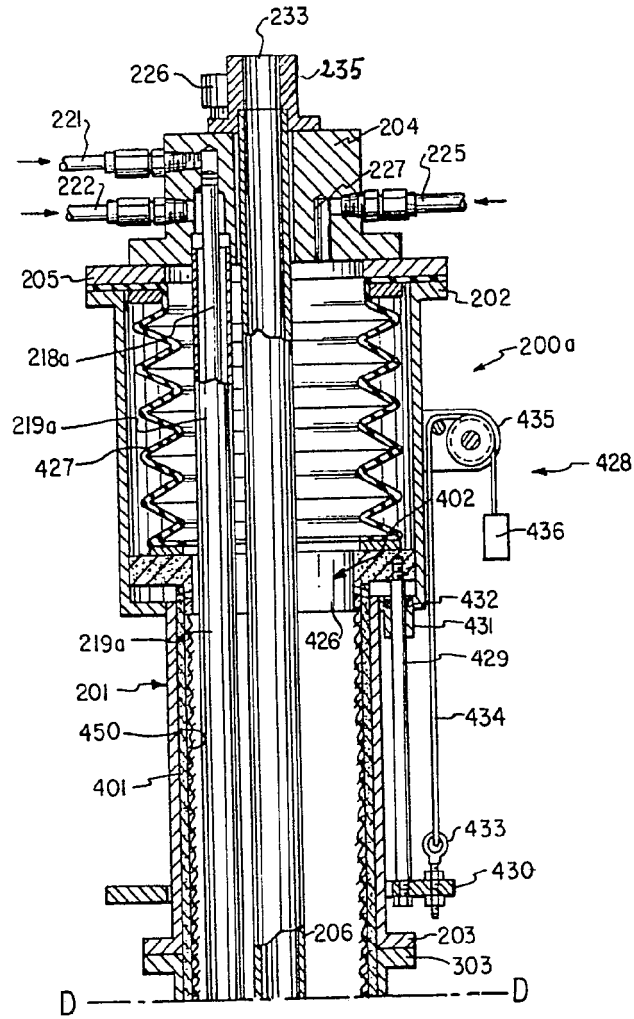
FIG. 13

Alberto de Elzaburu  
For Patent



9 APR 1988

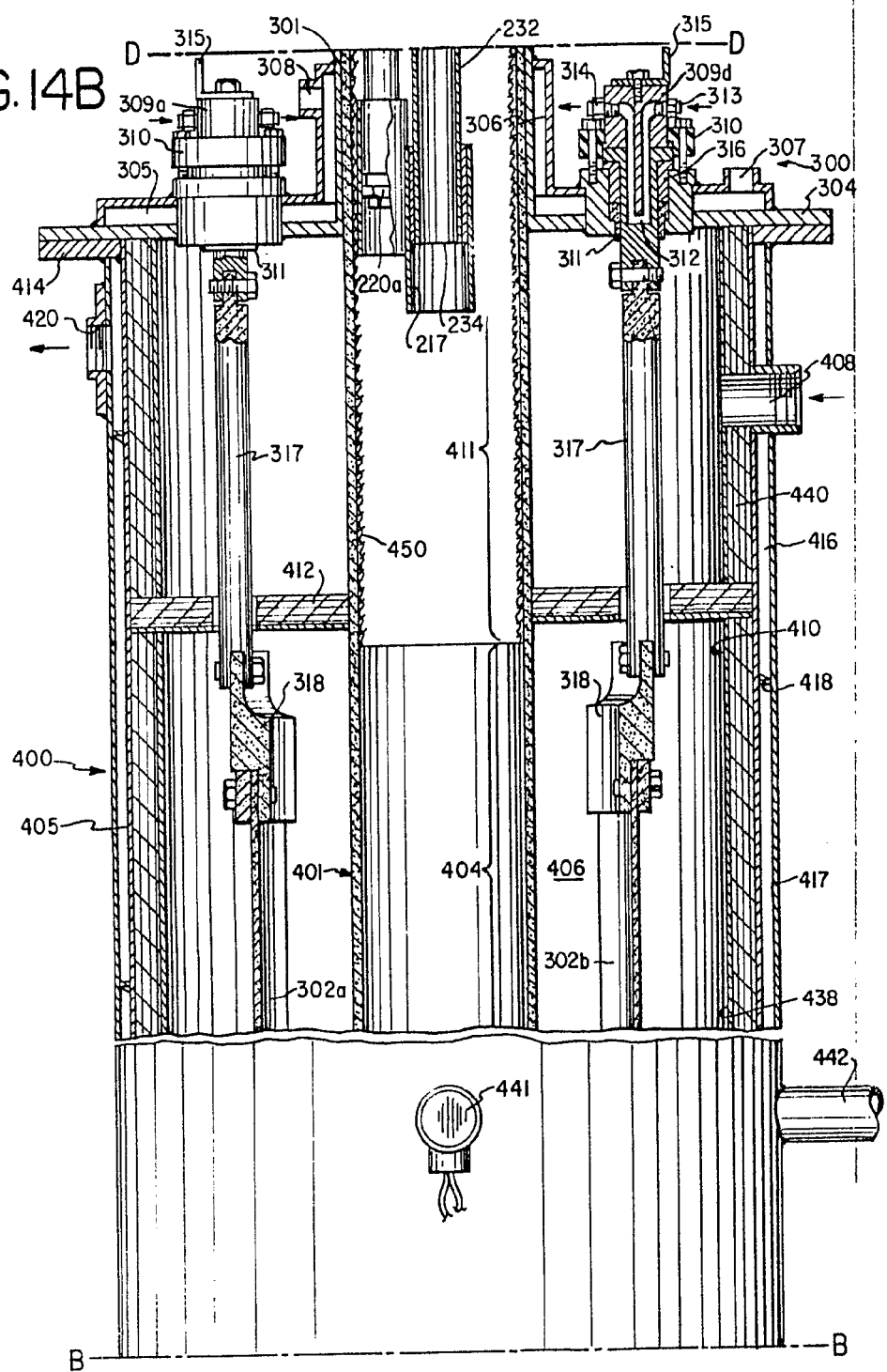
FIG. 14A



THAGARD TECHNOLOGY COMPANY  
10000  
10000  
10000

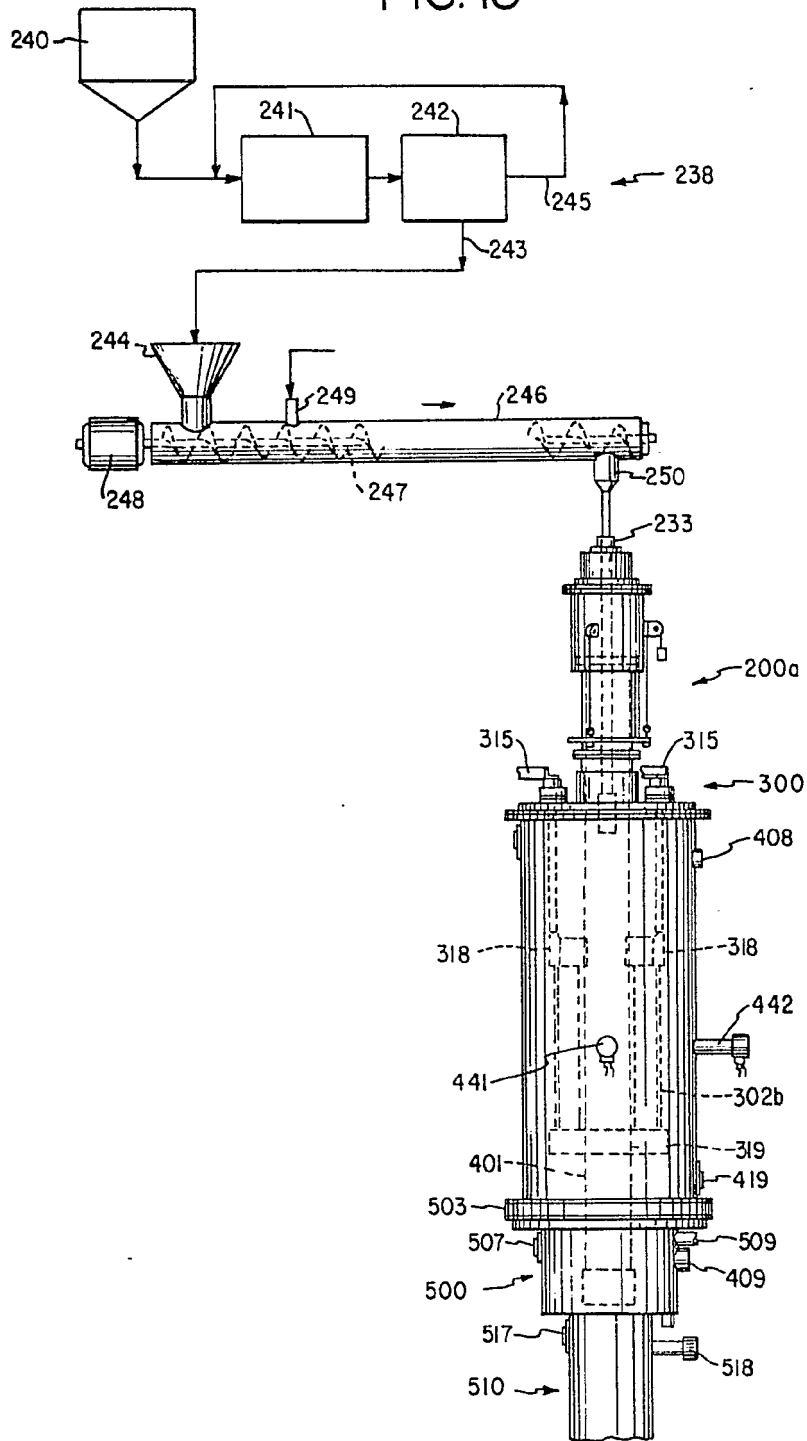


FIG. 14B



*[Handwritten signature]*

FIG. 15



Alberto de Elacuru

Por Poder.

1005

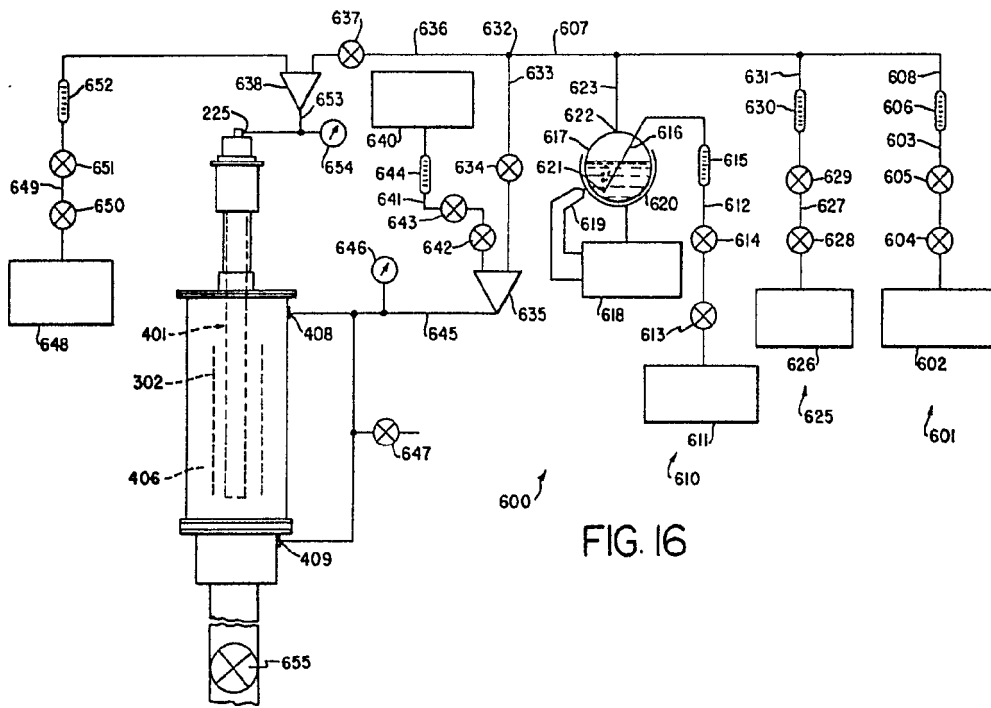
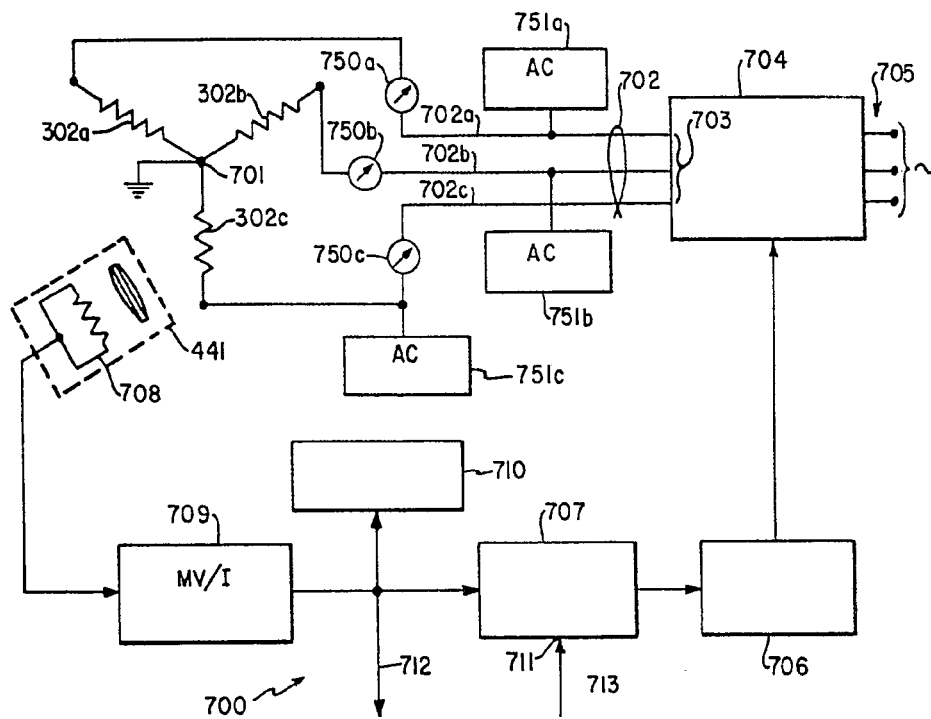


FIG. 16

Alberto de ELIZABETH

Por Fodex

FIG. 17

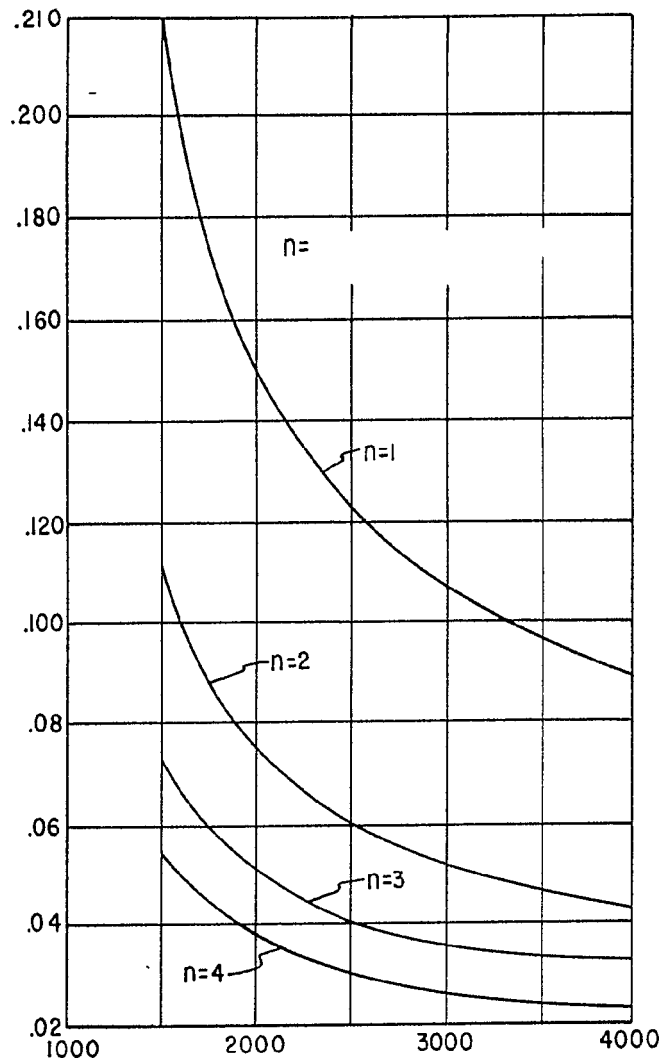


Alberio de Elizaburu

Por Poder

1405

FIG. 18

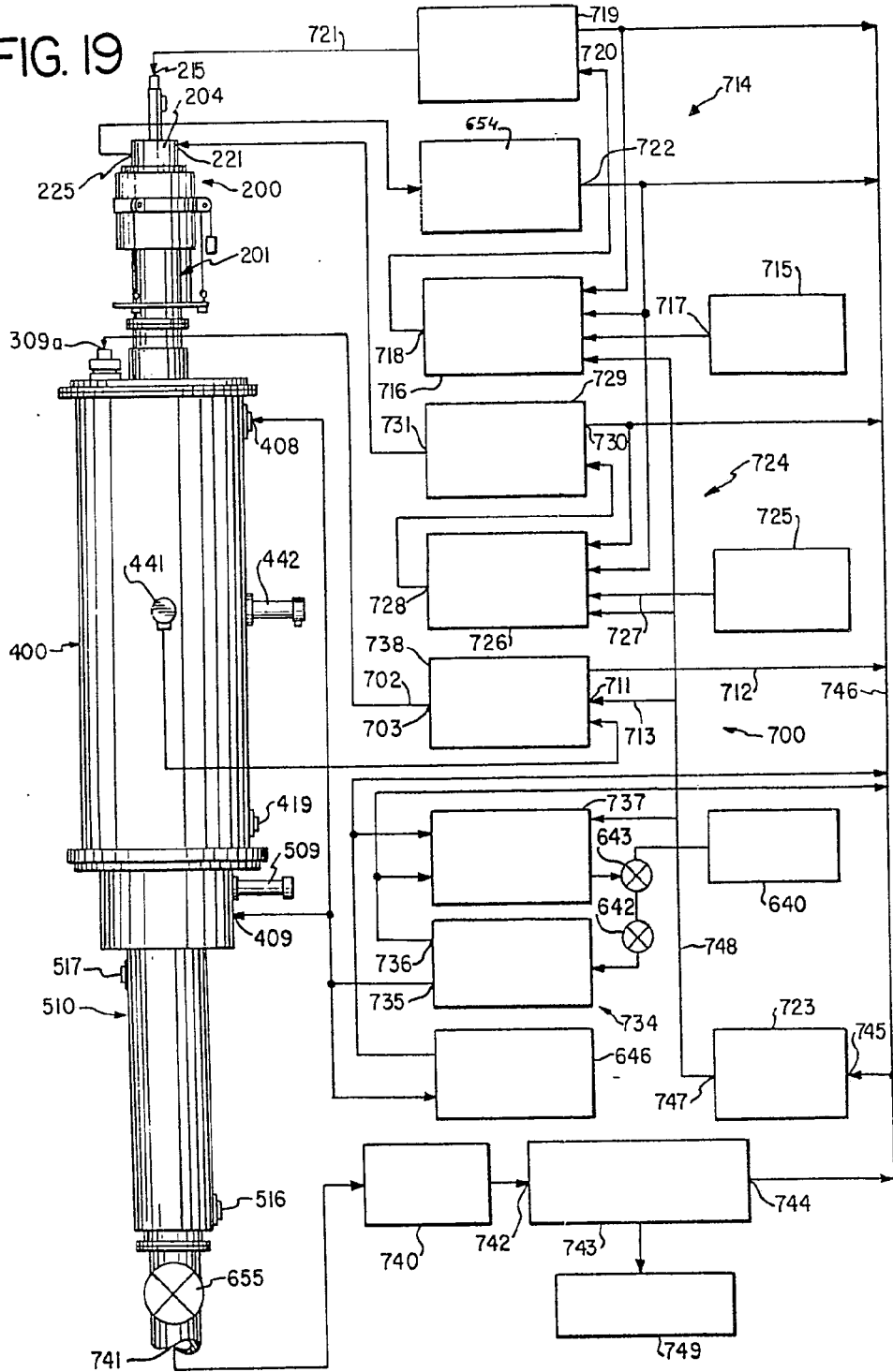


Alberto de Elizaburu

Por Orden



FIG. 19



*Thagard Technology Company*  
*[Signature]*