

15 OCT. 1975

441,790

P.- 61.236

K 6810 SPA

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl.: B01J

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V.

entidad holandesa

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

por: "UN METODO PARA LLENAR UN REACTOR CON UNO O MAS LECHOS
HOMOGENEOS DE PARTICULAS SOLIDAS"

29.9.75

- 1 -

5

La invención se refiere a un método para llenado de un reactor con uno o más lechos homogéneos de partículas sólidas, en particular partículas de catalizador.

10

En la aplicación técnica de reacciones en las que se hacen pasar líquidos y/o gases sobre un catalizador constituido por partículas, generalmente es importante que las partículas del catalizador estén presentes en uno o más lechos homogéneos, es decir, lechos que tengan una compactación uniforme y una orientación arbitraria de las partículas del catalizador. Como consecuencia, se obtienen un flujo regular a través del lecho de catalizador y un grado óptimo de mojado de las partículas del catalizador por la mezcla de reacción, y además no hay cantidad alguna de mezcla de reacción que salga del reactor sin haber estado en contacto con el catalizador o después de un período de contacto excesivamente corto.

15

20

25

A pesar de que el llenado de reactores relativamente pequeños con un lecho homogéneo de partículas de catalizador (constituidas usualmente por cilindros

pequeños) es difícil, al mismo puede lograrse fácilmente vertiendo las partículas de catalizador cuidadosamente, o introduciendo una suspensión de las partículas del catalizador en un líquido, en el reactor. Se presentan problemas mucho más grandes cuando han de llenarse reactores de gran tamaño (por ejemplo, constituidos por cilindros que tengan un diámetro que exceda de 2 m y una altura que exceda de 10 m) con uno o más lechos homogéneos de partículas de catalizador.

Los reactores grandes de este tipo pueden utilizarse, por ejemplo, en procedimientos para la hidrosulfuración de fracciones de aceite mineral, en particular de aceite mineral crudo o residuos obtenidos por separación de al menos una parte de los productos volátiles de un aceite mineral crudo. Se entenderá que el término aceite mineral incluye petróleo, aceite de pizarras, aceite de roca, aceite obtenido a partir de arenas alquitranosas y aceites naturales similares de base hidrocarburada presentes en la corteza terrestre.

La invención proporciona un método por el cual un reactor puede llenarse de una manera adecuada con uno o más lechos homogéneos de partículas sólidas en general y partículas de catalizador en particular.

De acuerdo con la invención, las partículas sólidas contenidas en el reactor se ponen en un es-

lugar con partículas sólidas e introducir subsiguientemente una corriente líquida en el reactor con el fin de llevar las partículas a un estado de fluidización incipiente. El llenado del reactor con partículas sólidas (por ejemplo
5 por medio de una tolva) es una operación que requiere tiempo y, además puede producirse un alto grado de rotura de las partículas sólidas. Por esta razón, las partículas sólidas se introducen preferiblemente en el reactor en forma de suspensión en un líquido.

10 Durante la introducción de las partículas sólidas (las cuales pueden encontrarse o no en forma de suspensión), se puede mantener o no la corriente líquida para llevar las partículas a un estado de fluidización incipiente. Si se mantiene dicha corriente líquida (lo cual es preferido), durante el llenado con las partículas sólidas, éstas
15 últimas se suministran muy adecuadamente por el extremo superior del reactor.

El reactor contiene preferiblemente una o
20 más rejillas cónicas para las partículas sólidas, de tal modo que pueda formarse un lecho de partículas sólidas sobre cada rejilla. Estas rejillas tienen una abertura central a través de la cual pueden descender las partículas sólidas cuando ha de vaciarse el reactor, y la inclinación
25 de las rejillas es preferiblemente tal que las partí-

culas sólidas puedan salir del reactor bajo la influencia de la gravedad cuando tiene que vaciarse el reactor. Un reactor de este tipo se describe, por ejemplo, en la solicitud de patente de los Países Bajos 7401733, del mismo Solicitante.

De acuerdo con la invención, durante el llenado del reactor las partículas sólidas se ponen en un estado de fluidización incipiente por medio de una corriente líquida. Con el fin de llenar también los espacios existentes bajo las rejillas todo lo posible, es ventajoso disminuir el caudal de la corriente líquida una o varias veces durante un breve período de tiempo un poco antes de reducir este caudal o de interrumpir la corriente líquida.

La corriente líquida utilizada es preferiblemente una corriente de un producto a base de petróleo. Son muy adecuadas fracciones de petróleo destiladas, en particular gasoil.

Si bien es posible suministrar un líquido de nuevo aporte continuamente con objeto de llevar las partículas sólidas a un estado de fluidización incipiente, generalmente se recirculará el líquido. La corriente líquida se introduce muy adecuadamente por el fondo del reactor al caudal deseado, y se descarga por el extremo superior del reactor, preferiblemente en un punto en el que ya no estén presentes partículas sólidas en el líquido.

Cuando el reactor contiene la totalidad de las partículas sólidas a introducir en un estado de fluidización incipiente, se reduce el caudal de la corriente líquida o se interrumpe dicha corriente y se deja que se sedimenten las partículas. Después de la sedimentación, el líquido puede, opcionalmente, descargarse o reemplazarse por otro líquido. En ciertos casos, el mismo líquido utilizado para la fluidización puede hacerse pasar a temperatura y/o presión elevadas sobre el lecho homogéneo del catalizador que acaba de obtenerse, con el fin de dar al catalizador una forma activa (por ejemplo una forma sulfurada para los catalizadores de desulfuración basados en metales soportados del Grupo VI y/o del Grupo VIII).

Con objeto de obtener un lecho de partículas sólidas que no exhiba una caída de presión muy elevada cuando se haga pasar sobre el lecho un líquido que haya de ser convertido por estas partículas, es ventajoso que las dimensiones de las partículas sólidas permanezcan comprendidas dentro de límites estrechos. Especialmente, debe evitarse la presencia de partículas sólidas que tengan dimensiones más pequeñas que las deseadas, así como la presencia de finos, debido a que dichas partículas más pequeñas y los finos pueden obstruir los conductos y, en consecuencia, pueden ocasionar una caída de presión importante.

En la producción de partículas de cataliza-

dor, por ejemplo por extrusión, se producen usualmente roturas durante su tratamiento ulterior (transporte, vertido, etc.), lo que da como resultado la formación de partículas más pequeñas, estando siempre presente cierta cantidad de material pulverulento (finos).

5

Las partículas sólidas cuyas dimensiones están comprendidas dentro de límites estrechos y que, como se ha descrito arriba, son muy adecuadas para formar parte del lecho de partículas sólidas del reactor, se obtienen

10

preferiblemente por fluidización de una mezcla constituida por partículas cuyas dimensiones están comprendidas dentro de límites estrechos y por partículas que tienen dimensiones más pequeñas en un líquido hasta que las partículas de dimensiones más pequeñas se han acumulado en la capa superior, interrumpiéndose luego la fluidización y separándose

15

la capa superior de partículas sedimentadas, capa que está constituida por partículas que tienen dimensiones más pequeñas. Estas partículas más pequeñas se separan de modo muy adecuado por aspiración. Durante dicha fluidización, la cual

20

se lleva a cabo muy adecuadamente en un depósito de suministro (un depósito de grandes dimensiones, cilíndrico por ejemplo), los finos no se sedimentan usualmente, sino que son arrastrados por el líquido y retirados del depósito de suministro. Antes de suministrar el líquido de fluidización

25

nuevamente en el fondo del depósito de suministro, los

finos se separan muy adecuadamente por filtración.

El empleo de los citados depósitos de suministro presente, además, la gran ventaja de que los mismos se pueden utilizar como espacio de almacenamiento para las partículas sólidas. Una vez que las partículas sólidas cuyas dimensiones están comprendidas dentro de límites estrechos se han obtenido en el depósito de suministro, las mismas se pueden suministrar al reactor en cualquier momento deseado, preferiblemente en forma de una suspensión como se ha descrito anteriormente.

Cuando las partículas sólidas contenidas en el reactor tienen que reemplazarse, esta operación puede llevarse a cabo con gran rapidez. Se vacía el reactor y a continuación se llena de acuerdo con la invención desde el depósito de suministro con partículas cuyas dimensiones están comprendidas dentro de límites estrechos, operación que puede realizarse en unas cuantas horas. Cuando el reactor tiene que llenarse con partículas sólidas que no se han almacenado previamente en un depósito de suministro o de algún otro modo, esta operación puede requerir muchos días en el caso de un reactor de grandes dimensiones. Se verá claramente que es favorable que el depósito de suministro tenga un volumen del mismo orden de magnitud (preferiblemente algo mayor) que el volumen del reactor.

Las partículas sólidas son preferiblemente

cuerpos extruidos. Muy adecuadamente, dichas partículas tienen un diámetro de 0,5-3 mm y una longitud de 3-7 mm.

Las partículas sólidas son muy adecuadamente partículas de catalizador, en particular partículas de catalizador que pueden utilizarse para la desmetalización y/o hidrodesulfuración de aceite mineral crudo o residuos. Aquéllas contienen preferiblemente uno o más metales del (de los) Grupo(s) VI y/u VIII del Sistema Periódico, o compuestos de los mismos sobre un soporte de tipo óxido; en particular, son muy adecuadas partículas de catalizador constituidas por uno o más óxidos y/o sulfuros de cobalto, níquel, molibdeno y wolframio sobre un soporte constituido completamente o predominantemente por alúmina y/o sílice.

La desmetalización y/o la hidrodesulfuración de, por ejemplo, un aceite mineral crudo o un residuo se puede llevar a cabo en el reactor en condiciones conocidas per se, tales como temperaturas de 385-445°C, presiones de hidrógeno de 75-225 kg/cm², y velocidades espaciales de 0,5-5 partes en peso de alimentación por cada parte en volumen de catalizador.

La invención se refiere también a un aparato que comprende un reactor que tiene una entrada de líquido por su fondo, una descarga de líquido por su extremo superior y una entrada de suspensión por su extremo superior. Una o más rejillas cónicas para partículas sólidas

están presentes muy adecuadamente en el reactor. El aparato comprende preferiblemente también un depósito de suministro que tiene una entrada de líquido por su fondo, una descarga de líquido por su extremo superior, una entrada de partículas sólidas por su extremo superior y una descarga de partículas sólidas por su fondo, así como una tubería que conecta la última descarga con el extremo superior del reactor. Las tuberías para líquido y suspensión pueden comprender, evidentemente, el equipo necesario, tal como bombas, para el transporte de los mismos.

La invención se ilustrará ahora con referencia al dibujo, que es una representación diagramática de un aparato adecuado, pero no es en modo alguno limitante con respecto al alcance de la invención.

En el dibujo, el número de referencia 1 designa un reactor que puede llenarse con partículas de catalizador procedentes de un depósito de suministro 2. Las partículas pueden salir del depósito de suministro 2 por una tubería 3 y, mezcladas con líquido (por ejemplo gasoil) suministrado por una tubería 4, aquéllas se pueden enviar al extremo superior del reactor 1 por una tubería 6 mediante una bomba de suspensión 5. Al mismo tiempo, se puede suministrar líquido por el fondo del reactor 1 mediante una tubería 7 a un caudal tal que las partículas del catalizador se lleven a un estado de fluidización incipiente. La tube-

ría 8 sirve para descargar el líquido por el extremo superior del reactor. Por esta tubería 8, puede suministrarse el líquido a un depósito 9 que está provisto de una tubería de ventilación 10. Una bomba 11 sirve para bombear el
5 líquido desde el depósito 9 a las tuberías 4 y 7 por una tubería 12. El depósito de suministro 2 comprende una entrada de partículas sólidas 17, una entrada de líquido 13 (que se cierra cuando se llena el reactor 1) a través de la cual, con las tuberías 3, 4 y 7 cerradas, puede bombearse
10 líquido desde el depósito 9 al depósito de suministro 2 por la tubería 12 por medio de la bomba 11. El extremo superior del depósito de suministro 2 está provisto de una tubería de descarga 14 por la cual puede recircularse el líquido del depósito 9. Si se desea, los finos se pueden separar del
15 líquido en la tubería 14 por medio de un dispositivo de filtración 15. Una tubería 16 está provista en el fondo del depósito de suministro para retirar el líquido completamente o de un modo sustancialmente completo de dicho depósito de suministro, lo cual se puede realizar cuando el depósito se
20 ha llenado con partículas sólidas cuyas dimensiones están comprendidas dentro de límites estrechos.

EJEMPLO

25

Los números indicados en este ejemplo hacen

referencia al dibujo. Un reactor 1 (altura 23 m, diámetro 3,4) se llena con 170 m^3 de partículas de catalizador extruidas que tienen un diámetro medio de 1,5 mm y una longitud media de 5 mm. Las partículas del catalizador se suministran desde el depósito de suministro 2 (altura 26 m, diámetro 3,4 m) a través de una tubería 3, una bomba 5 y una tubería 6, a un caudal de 15 toneladas/hora por medio de gasoil que se suministra por la tubería 4 a un caudal de $223 \text{ m}^3/\text{h}$. Por la tubería 7 se suministra gasoil al reactor 1 a tal ritmo que su altura se eleve en el reactor 7 mm/seg, con el resultado de que las partículas contenidas en el reactor se ponen en un estado de fluidización incipiente. Desde el extremo superior del reactor se recircula gasoil al depósito 9 por la tubería 8. Cuando la cantidad requerida de partículas de catalizador se encuentra en el reactor en un estado de fluidización incipiente, el caudal del gasoil suministrado por la tubería 7 se disminuye durante breves momentos cierto número de veces. Después de ello se interrumpe el suministro de gasoil y, si se desea, puede descargarse el gasoil presente en el reactor.

Las partículas que han de transportarse al reactor desde el depósito de suministro 2, se obtienen como sigue:

el depósito de suministro se llena con partículas de catalizador, por ejemplo mediante bidones, a través de su en-

trada 17. Los finos y las partículas más pequeñas se retiran de dicho depósito por fluidización del contenido del depósito de suministro por medio de gasoil que se envía por la tubería 13 a tal ritmo que su altura en el depósito de suministro se eleva 9 mm/seg. El gasoil se descarga por la tubería 14 existente en el extremo superior del depósito de suministro y se hace pasar al depósito 9 después de su filtración en el dispositivo de filtración 15. El suministro de gasoil se termina al cabo de aproximadamente 3 horas, y el gasoil se descarga del depósito de suministro. Las partículas de dimensiones más pequeñas, que se han acumulado en la capa superior del contenido del depósito de suministro, se eliminan subsiguientemente por medio de un vacuospirador de polvo de gran capacidad.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda, el 17 de Octubre de 1974, bajo el Nº 7413636, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

29.9.75

- REIVINDICACIONES -

5

10 1ª.- Un método para llenar un reactor con
uno o más lechos homogéneos de partículas sólidas, caracte-
rizado por el hecho de que las partículas sólidas contenidas
en el reactor se ponen en un estado de fluidización incipien-
te por medio de una corriente líquida, después de lo cual el
15 caudal de la corriente líquida se reduce o se interrumpe di-
cha corriente líquida, y se deja que se sedimenten las parti-
culas.

 2ª.- Un método de acuerdo con la reivindica-
ción 1ª, caracterizado por el hecho de que las partículas só-
20 lidas se introducen en el reactor en forma de una suspensión
en un líquido.

 3ª.- Un método de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el he-
cho de que la corriente líquida utilizada para llevar las
25 partículas sólidas a un estado de fluidización incipiente

se mantiene mientras que el reactor está siendo llenado con las partículas sólidas.

5 4ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que las partículas sólidas se introducen por el extremo superior del reactor.

10 5ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que el reactor contiene una o más rejillas cónicas para las partículas sólidas.

15 6ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que poco antes de reducir el caudal o interrumpir el paso de la corriente líquida, el caudal de la mismas se disminuye una o varias veces durante breves períodos de tiempo.

20 7ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la corriente líquida es una corriente de un producto de base petrolífera.

8ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 7ª, caracterizado por el hecho de que la corriente líquida es una corriente de gasoil.

25 9ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el

hecho de que las dimensiones de las partículas sólidas están comprendidas dentro de límites estrechos.

5 10ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 9ª, caracterizado por el hecho de que las partículas sólidas cuyas dimensiones están comprendidas dentro de límites estrechos se obtienen por fluidización de una mezcla constituida por partículas cuyas dimensiones están comprendidas dentro de límites estrechos y por partículas que tienen dimensiones más pequeñas en un líquido hasta que
10 las partículas de dimensiones más pequeñas se han acumulado en la capa superior, interrumpiendo luego la fluidización y separando la capa superior de las partículas sedimentadas, capa que está constituida por partículas de dimensiones más pequeñas.

15 11ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 10ª, caracterizado por el hecho de que la capa superior que está constituida de dimensiones más pequeñas se separa por aspiración.

20 12ª.- Un método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que las partículas sólidas son cuerpos extruidos que tienen un diámetro de 0,5-3 mm y una longitud de 3-7 mm.

25 13ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el

hecho de que las partículas sólidas son partículas de ca
talizador.

5 14a.- Un método de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el
hecho de que las partículas de catalizador contienen uno
o más metales del (de los) Grupo(s) VI y/o VIII del Sis-
tema Periódico o compuestos de los mismos sobre un sopor
te de tipo óxido.

10 15a.- Un método de acuerdo con la reivin-
dicación 14a, caracterizado por el hecho de que las par-
tículas sólidas contienen óxidos y/o sulfuros de cobalto
y/o molibdeno sobre un soporte constituido completamente
o predominantemente por alúmina.

15 16a.- Un método para llenar un reactor con
uno o más lechos homogéneos de partículas sólidas.

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.

20 Esta Memoria consta de dieciocho hojas es
critas a máquina por una sola cara.

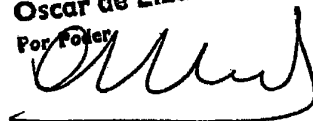
Madrid, 09.FEB.1977

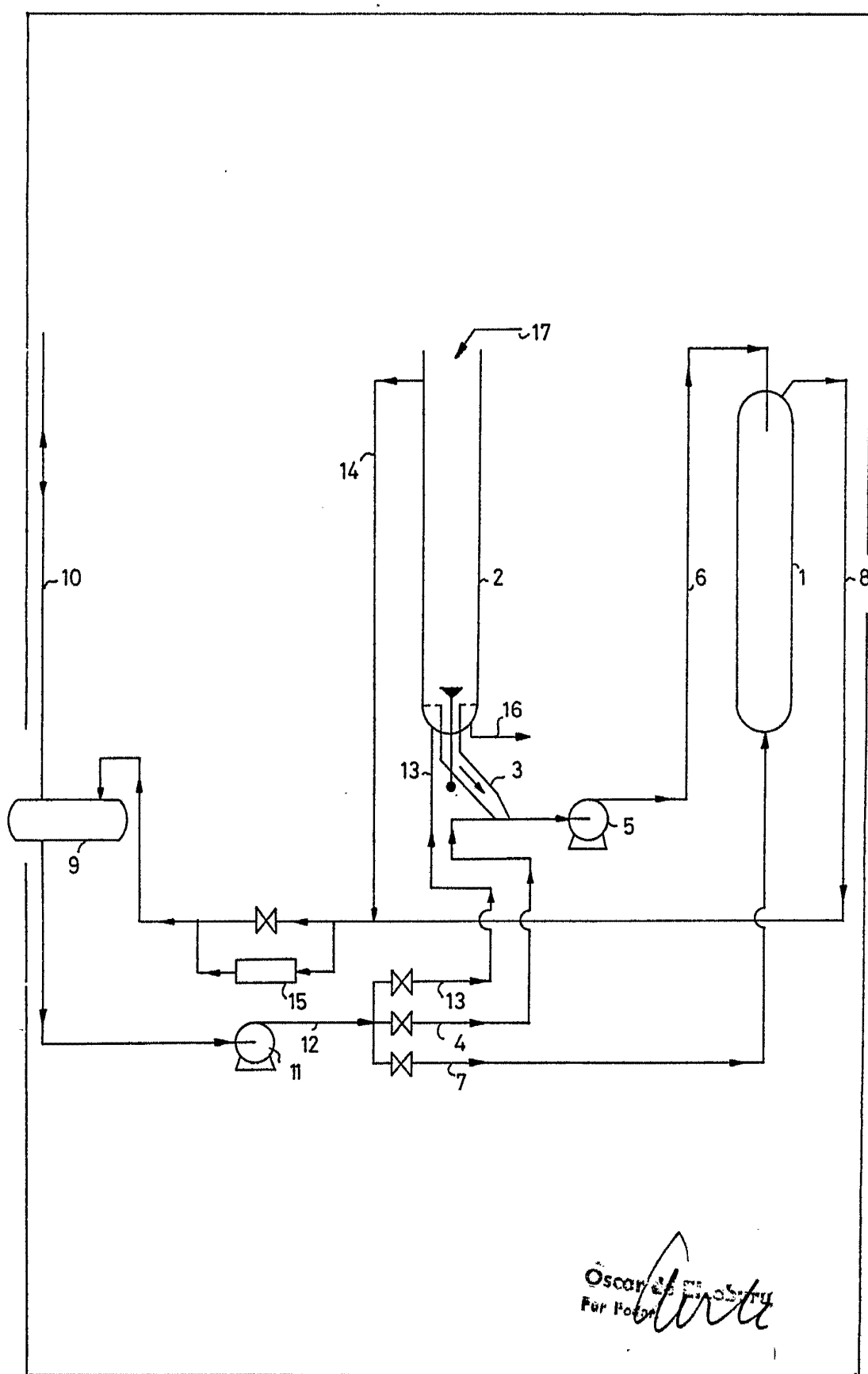
P.A.

25

7.2.77

Oscar de Elzaburu
Por Poder





Oscar E. ...
Für ...