

443582  
20 ENE. 1977  
**CONCEDIDA**

Int. Cl.: B01D; C10B

PATENTE DE INVENCION

que por veinte años para España, se solicita a favor de la firma --  
RÜHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en OBER--  
HAUSEN (REPUBLICA FEDERAL DE ALEMANIA), por: "PROCEDIMIENTO PARA --  
LA SEPARACION DE NEGRO DE HULLA DE LOS PRODUCTOS DE LA OXIDACION --  
PARCIAL DE HIDROCARBUROS".--

MEMORIA DESCRIPTIVA

Para la fabricación de un gas sintético, es decir, de --  
una mezcla equimolar del monóxido de carbono y de hidrógeno, par--  
tiéndose de unas materias primas petroquímicas, se hacen reaccionar  
a libre elección, hidrocarburos de cualquier tipo como, por ejem--  
5 plo, gas natural, propano, gas licuado de petróleo, pero asimismo fuel--  
oil, aceite pesado alquitran y asfalto, con una cantidad de oxígeno  
que es insuficiente para efectuar la completa combustión a li--  
sa directa y en ausencia de catalizadores. La reacción se produce  
por regla general, a temperaturas de 1.300°C, y a presiones de has--  
10 ta 90 barios, sin embargo, se han aplicado ya al menos en instala--  
ciones de ensayo unas presiones de hasta 160 barios. Como produ--  
tos de la reacción se presentan el hidrógeno, el monóxido de carb--  
no, el dióxido de carbono, el metano y el sulfuro de hidrógeno que  
bajo las condiciones de la reacción son termodinámicamente estables.

**POOR  
QUALITY**

15 A pesar de que en las citadas condiciones de la reacción, el negro  
de humo no constituye ningún componente de equilibrio, la formación  
de este negro de humo, sin embargo, no pueda ser impedida. En el ca-  
so de la reacción del gas natural, la formación de negro de humo -  
es mínima, en el caso de los aceites residuales no obstante, esta  
20 formación del negro de humo puede ascender al 2 hasta el 4% del --  
contenido en carbono.-

En los procesos que técnicamente se llevan a efecto para  
la fabricación de un gas sintético partiendo de unas materias pri-  
mas petroquímicas, los hidrocarburos y el oxígeno son precalenta-  
25 dos por separado, e introducidos en el reactor a través de uno ó -  
varios quemadores. Los quemadores eventualmente son refrigerados -  
por agua y permiten una mezcla íntima y rápida de las parte inte-  
grantes de la reacción. El gas caliente, de 1.400 y 1.500°C. de tem-  
peratura que sale del reactor, es enfriado dentro de una -  
30 caldera de recuperación. A continuación, se elimina del gas bruto  
el negro de humo por lavado con agua.- Seguidamente, el gas previa-  
mente purificado es desulfurado, y conducido, eventualmente, hacia  
una conversión de monóxido de carbono. En la purificación del gas,  
lo que se encuentra dispuesto a continuación, se elimina finalmen-  
te en una medida amplia el dióxido de carbono, el sulfuro de hidró-  
35 geno y el oxisulfuro de carbono. En algunos casos determinados como,  
por ejemplo, si el gas ha de ser empleado para la síntesis del am-  
oniaco, ha de ser prevista además una purificación superfina.-

Mientras que el negro de humo puede ser eliminado del --  
40 gas bruto de la síntesis sin dificultad alguna mediante un simple  
lavado con agua, se presentan sin embargo, unos problemas en el --  
aprovechamiento ulterior del negro de humo, ante todo para el retor-  
no del mismo al proceso, lo que por razones económicas es deseable.

De acuerdo con un ya conocido procedimiento, la totalidad  
45 del negro de humo es retornada al reactor dentro de un sistema carga

do. Para ello, el agua del negro de humo es mezclada, dentro de un depósito de decantación, con nafta, es decir, con una fracción de naftina dentro de un margen de ebullición de aproximadamente 70 -- hasta 112°C, pasando en este caso la totalidad del negro de humo a la fase de nafta. Después de la separación de las dos fases, se va 50  
cia del depósito de decantación agua exenta de negro de humo. La nafta, con un contenido de negro de humo, es mezclada con una parte del aceite del proceso para ser destilada por la parte superior de una columna de destilación. Dentro del ceno de la columna permaneces 55  
neces el aceite con la totalidad del negro de humo. Una vez efectuada el mezclado con el resto de aceite del proceso, el mismo es conducido hacia un calentador previo y llega a entrar en el reactor, en donde se realiza su completa carburación.-

Conforme a otro procedimiento ya conocido, el agua con contenido de negro de humo es mezclada con reducidas cantidades de 60  
aceite del proceso, pasando en este caso el negro de humo a la fase de aceite del proceso con el fin de constituir, a una concentración correspondientemente alta, unos pellets ó comprimidos de negro de humo y aceite, semi-sólidos. La separación del agua decantada -- de los pellets de negro de humo y aceite, se realiza por medio de 65  
unos tamices. El agua purificada es retornada al proceso, mientras que los pellets ó comprimidos de negro de humo y de aceite son triturados, con adición de más cantidad de aceite del proceso, para constituir una sustancia macerada que ó es conducido hacia una instalación de combustión ó bien retornada al proceso como medio de 70  
carburación.-

Los dos procedimientos ya conocidos para la separación del negro de humo tienen unos inconvenientes considerables. Mientras -- que la separación del negro de humo por medio de unas grandes cantidades de nafta presupone una gran inversión en la destilación a -- 75  
efectos de una recuperación de la nafta, la separación de este negro

de humo mediante unas reducidas cantidades de aceite del proceso conduce aparte de unas dificultades técnicas a una carga no desdoblable para el medio ambiente como consecuencia de los vahos que —  
80 contienen sustancias nocivas.—

Existía por lo tanto, el problema de desarrollar un procedimiento que elimina las referidas dificultades y que facilita un procesamiento de las aguas residuales con un contenido de negro de humo, el cual sea satisfactoria tanto bajo el punto de vista técnico  
85 como como sistema económico.—

Conforme a la presente invención, la separación del negro de humo de agua ante todo de aquél agua que se presenta en el lavado del gas sintético producido por oxidación parcial de hidrocarburos se realiza por el tratamiento con estos hidrocarburos. En este  
90 caso el negro de humo pasa de la fase acuosa a la fase de los hidrocarburos. De la suspensión de negro de humo en hidrocarburos origina la mayor parte de los hidrocarburos se separada dentro de un separador de platos, y la mezcla remanente de negro de humo ó hidrocarburos es destilada, eventualmente de manera ya conocida. El negro de humo que queda, después de la destilación puede ser empleado  
95 de la manera habitual. De este modo es posible hacerlo retornar — eventualmente después de haber sido mezclado con el aceite del proceso al reactor del gas de síntesis. No obstante, la suspensión de negro de humo y de hidrocarburo puede ser deshidratada además para  
100 obtener negro de humo seco.—

Hasta la presente, en la separación de negro de humo procedente del agua de lavado se basaba en que para obtener la extracción completa del negro de humo de la fase acuosa había que emplear unos hidrocarburos líquidos que fueran exentos de negro de —  
105 humo. De este modo habría de ser evitado todo que unas partículas muy finas de negro de humo permaneciesen suspendidas en el agua. Por este motivo se separaban los hidrocarburos de las suspensiones

110

de hidrocarburos con el negro de humo. Se substituía, además, la separación mecánica de una parte del líquido de la suspensión con respecto a su alcance e influencia sobre la rentabilidad del procedimiento en su conjunto.-

115

Sorprendentemente se ha descubierto que para el tratamiento del agua con un contenido de negro de humo no es necesario emplear unos hidrocarburos que estén completamente exentos de pequeñas partículas de negro de humo. Al contrario, pueden ser empleados también hidrocarburos que contengan pequeñas partículas de negro de humo. Existe, por lo tanto, la posibilidad de separar de una forma mecánica la mayor parte de los hidrocarburos cargados con el negro de humo, que sirvieron para efectuar la separación de este negro de humo del agua. Conforme a la presente invención se emplean para ello separadores de plato que garantizan una separación suficiente entre la fase líquida y la fase sólida. De este modo existe la posibilidad de separar el 80 hasta el 90% de la nafta que está comprendida en la suspensión.-

120

125

La nafta mecánicamente separada puede ser empleada otra vez, de una forma directa, para la separación del negro de humo de las suspensiones de negro de humo y agua. Del residuo que se obtiene al mismo acusa una concentración del negro de humo del 10 hasta el 15% en comparación con aproximadamente el 2% de la suspensión primitiva de negro de humo y hidrocarburo la nafta que contiene negro de humo puede ser separada por destilación después de una adición de aceite del proceso, como es ya conocido hasta reducidos índices ahora sin embargo con una inversión en energía, mucho más reducida, con el fin de ser empleada la nafta de nuevo como medio de suspensión. También esta nafta se emplea otra vez para efectuar la separación del negro de humo de las suspensiones de negro de humo y agua. Los residuos de la destilación son empleados como productos de partida para el reactor de gas de síntesis.-

130

135

El modo de trabajo conforme a la invención se describe  
140 a continuación por medio del esquema del procedimiento que se --  
acompaña y que a continuación se explica con más detalles.--

A través de las tuberías 1 y 2 se alimenta un reactor  
de carburación 3 con oxígeno y con fuel-oil. El gas de síntesis  
que contiene negro de humo y consiste en monóxido de carbono y -  
145 hidrógeno, es lavado mediante agua de este negro de humo en un  
correspondiente dispositivo de lavado 4. A través de una tubería  
5 se conduce el gas de síntesis hacia el punto de su ulterior em-  
pleo. La mezcla de negro de humo y agua es conducida a través de  
una tubería 6, hacia un depósito de decantación 7 al que se sumi-  
150 nistra al mismo tiempo la nafta a través de la tubería 8. Dentro  
de este depósito de decantación 7 tiene lugar la separación de -  
fases. La fase de nafta y negro de humo sale del depósito de de-  
cantación 7 a través de la tubería 9, mientras que el agua purifi-  
cada es evacuada a través de una tubería 11, con el fin de ser em-  
155 pleada de nuevo como agua de circulación dentro del dispositivo  
de lavado 4 para el negro de humo. El agua excedente sale de este  
proceso a través de la tubería 12. La mezcla de nafta y negro de  
humo que sale del depósito de decantación a través de la tubería  
9, entra en un separador de platos 10, dentro del cual tiene lugar  
160 la separación en una fase enriquecida con negro de humo y en una  
fase purificada. La sustancia purificada (o sea, la nafta con un  
residuo de negro de humo de aproximadamente al 0,3%) la cual  
sale a través de la tubería 13, es conducida de nuevo al depósi-  
to de decantación 7. La fase concentrada con un contenido en ne-  
165 gro de humo del 10 hasta el 15%, la cual sale del separador 10 a  
través de la tubería 14, es mezclada dentro de un mezclador 15 -  
con fuel-oil, y conducida al reactor de carburación 3 por medio  
de la tubería 16. La mezcla de nafta y aceite del proceso, la --  
cual es extraída del mezclador 15, puede ser destilada a conti-

nación para la obtención de una nafta pura.-

REIVINDICACIONES

1ª.- Procedimiento para la separación de negro de humo de los productos de la oxidación parcial de hidrocarburos; en especial del agua que se presenta en el lavado de gas de síntesis producido por oxidación parcial de hidrocarburos, mediante tratamiento con hidrocarburos, caracterizado porque de la suspensión de negro de humo - hidrocarburo que en ello se produce se separa la parte principal de los hidrocarburos en un separador de plato, siendo destilada - eventualmente la mezcla de negro de humo/hidrocarburo restante.-

2ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE NEGRO DE HUMO DE LOS PRODUCTOS DE LA OXIDACION PARCIAL DE HIDROCARBUROS".-

Consta la presente memoria descriptiva de siete hojas numeradas y mecanografiadas por una sola cara, a las que se les acompaña un plano para su mejor comprensión.-

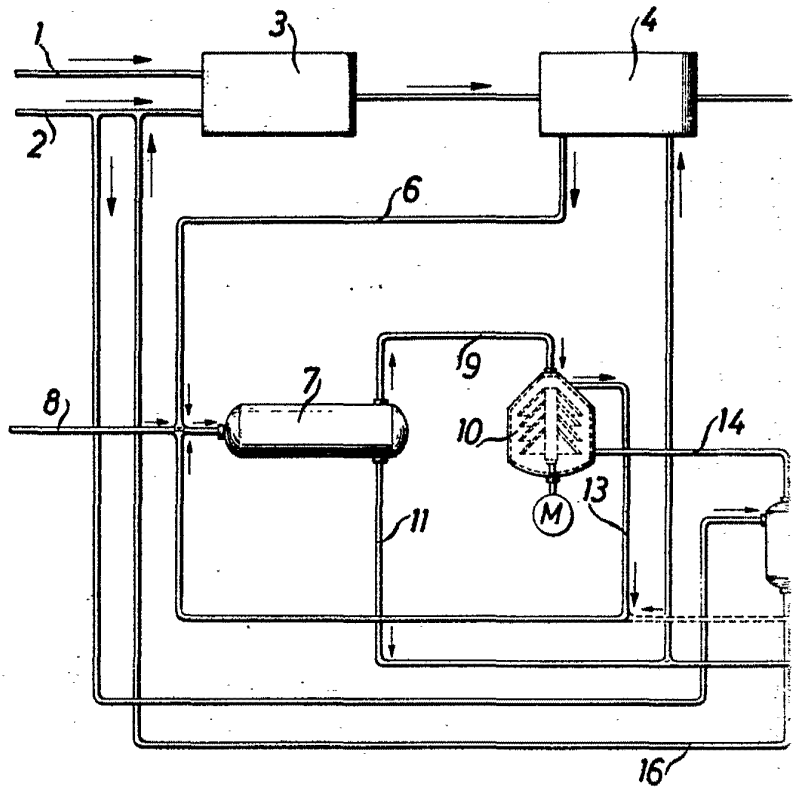
Madrid,

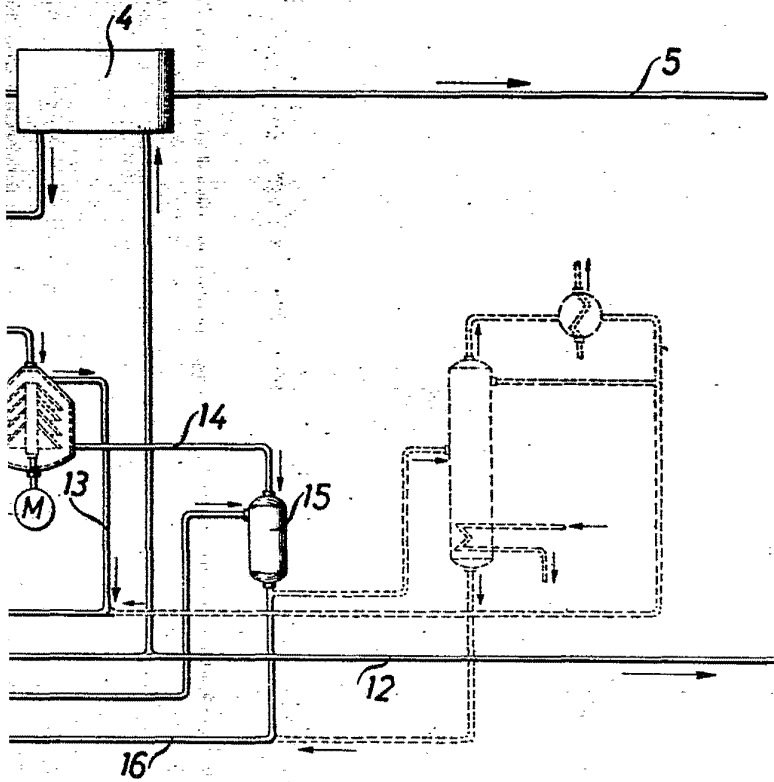
17 DIC. 1975

M. V. DE LA TORRE  
F. P.

Emilio García Arteaga







07 DIC. 1975

ESCALA VARIABLE  
M. V. DE LA TORRE  
P. P.

Emilio García Arteaga