

CONCEDIDA

443583

20 ENE. 1977

B01D; C10B

PATENTE DE INTRODUCCION

que por diez años para España, se solicita a favor de la Firma --  
RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en --  
OBERHAUSEN (REPUBLICA FEDERAL DE ALEMANIA), por : " PROCEDIMIENTO  
PARA LA SEPARACION DE NEGRO DE HUMO DE LOS PRODUCTOS DE OXIDACION  
PARCIAL DE HIDROCARBUROS."

MEMORIA DESCRIPTIVA

Para la fabricación de un gas de síntesis, es decir, de  
una mezcla equimolar del monóxido de carbono y del hidrógeno, par  
tiéndose de unas materias primas petroquímicas, se hacen reaccio  
nar, a libre elección, los hidrocarburos como, por ejemplo, el gas  
5 natural, el propano, el gas licuado y la bencina, pero asimismo --  
el fuel-oil, el aceite pesado, el alquitrán y el asfalto, con una  
cantidad de oxígeno que es insuficiente para efectuar la completa  
combustión a una llama directa y sin catalizadores. La reacción --  
se produce, por regla general, a unas temperaturas de 1.300°C. Asi  
10 como a unas presiones de hasta 90 barios, sin embargo, también se  
han aplicado ya al menos en las instalaciones de ensayo unas pre  
siones de hasta 160 barios. Como productos de la reacción se pro  
duce el hidrógeno, el monóxido de carbono, el dióxido de carbono,  
el metano y el sulfuro de hidrógeno que bajo las condiciones de --  
15 la reacción son termodinámicamente estables. A pesar de que en --

las citadas condiciones de reacción, el negro de humo no constituye ningún componente de equilibrio, la formación de este negro de humo sin embargo, no puede ser impedida. En el caso de la transformación del gas natural, la producción del negro de humo es mínima; en el caso de los aceites residuales, no obstante, esta producción 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 de síntesis partiendo de unas materias primas petroquímicas, los hidrocarburos y el oxígeno son precalentados por separado, a fin de ser introducidos al reactor a través de uno o bien de varios quemadores. En su caso, los quemadores van refrigerados por agua y permiten una mezcla efectiva y rápida de las partes integrantes de la reacción. El gas caliente, a una temperatura de 1.400 hasta 1.500°C. y que sale del reactor, es enfriado dentro de una caldera de recuperación. A continuación, del gas bruto se elimina el negro del humo por medio de agua. Seguidamente, el gas previamente purificado es desulfurado, y el mismo es conducido, en su caso, hacia la conversión de monóxido de carbono. En la purificación del gas, que se encuentra dispuesta a continuación, se eliminan finalmente, en una medida considerable, el dióxido de carbono, el sulfuro de nitrógeno y el oxisulfuro de carbono. En algunos casos determinados como, por ejemplo, si el gas ha de ser empleado para la síntesis del amoníaco, debe ser prevista asimismo una purificación superfina.-

Mientras que el negro de humo puede ser eliminado de los gases brutos de la síntesis sin ninguna dificultad y mediante un simple lavado con agua, se presentan, sin embargo, problemas para el aprovechamiento posterior de este negro de humo, ante todo para el retorno del mismo al proceso, lo que por razones de economía y de protección al medio ambiente es deseable.-

De acuerdo con un ya conocido procedimiento, la totalidad del negro de humo es retornada al reactor dentro de un sistema cerrado. Para ello, el agua del negro de humo es mezclada, dentro de un depósito de decantación, con nafta, es decir, con una fracción -

50 de bencina con una zona de ebullición de aproximadamente 70 hasta -  
112°C., pasando en este caso la totalidad del negro de humo a la fa  
se de nafta. Después de la separación de las dos fases, se evacúa -  
del depósito de decantación un agua exenta de negro de humo. La nafta,  
con un contenido de negro de humo, es mezclada con una parte --  
55 del aceite del proceso a fin de ser destilada por la parte superior  
de una columna de destilación. Dentro del ceno de la columna perma-  
nece el aceite con la totalidad del negro de humo. El mismo, una --  
vez efectuada su mezcla con el resto de aceite del proceso, es con-  
ducido hacia un calentador previo y lleva a entrar en el reactor, en  
60 donde se realiza su carburación completa.-

Conforme a otro procedimiento ya conocido, el agua con con-  
tenido de negro de humo es mezclada con reducidas cantidades de a--  
ceite de adición, en éste caso, el negro de humo es ligado a la fa-  
se de aceite de adición con el fin de constituir, a un-a concentra-  
65 ción lo correspondientemente alta, unos pellets o comprimidos de ne  
gro de humo y de aceite, que a una concentración correspondientemen-  
te alta son de forma semi-sólida. La separación del agua decantada  
de los pellets de negro de humo y de aceite, se realiza por medio -  
de unos tamices. El agua purificada es retornada al proceso, mien--  
70 tras que los pellets o comprimidos de negro de humo y de aceite son  
tritutados, con la adición de más cantidad de aceite de adición, pa  
ra constituir una sustancia macerada que o es conducida hacia una--  
instalación de combustión, o bien es retornada al proceso como me--  
dio de la carburación.-

75 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 canti-  
dades de nafta presupone una gran inversión en la destilación de la  
nafta a efectos de una recuperación de la misma, la separación de -  
80 éste negro de humo mediante unas reducidas cantidades de aceite de  
adición conduce aparte de unas dificultades técnicas a una carga no  
desdeñable para el medio ambiente como consecuencia de los vahos --  
que contienen unas sustancias nocivas.-

85 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 satisfactorio tanto bajo el punto de vista técnico como asimismo económico.

90 Se ha descubierto que para efectuar la separación del negro de humo de las suspensiones de agua y de este negro de humo pueden ser empleadas con especial ventaja todas aquellas sustancias con un más elevado punto de ebullición (aceites densos), las cuales, se presentan como producto secundario en la oxo-síntesis, es decir, en la transformación de las olefinas con el monóxido de carbono y con el hidrógeno. Un tal modo de trabajo se recomienda naturalmente  
95 en todos aquellos casos en que a continuación de la generación del gas de síntesis se tenga prevista una oxo-síntesis, y cuando el aceite denso es disponible en cantidades suficientes. Como aceite denso es denominado aquél residuo de poca volatibilidad que queda después de la separación por destilación de los aldehídos y alcoholes, como los productos principales de la oxo-síntesis, los cuales comprende un átomo de carbono más que la olefina de partida. El mismo se compone principalmente de unos más elevados alcoholes aldehídos, acetales, ácidos orgánicos y de ésteres, los cuales quedan  
100 constituidos por las reacciones consecutivas de los productos primarios, como por ejemplo, por la condensación aldólica o bien por la reacción de Tiscchtschenko. Así, en la hidro-formilación del propileno se producen como productos secundarios de un más elevado punto de ebullición, entre otras sustancias más, el 2-etilhexanal; el 2-etilhexanal y los acetales butílicos de los mismos, el formiato de n-butilo y de i-butilo; los éteres di-butílicos simétricos y no-simétricos, los ésteres n-butílicos e i-butílicos de los ácidos n-butíricos e i-butíricos; los aldehídos butíricos trimeros así como los butiratos del 2-etilhexandiol.-  
105

115 Conforme al nuevo procedimiento, la separación del negro de humo del agua que se presenta en el lavado del gas de síntesis generado por la oxidación parcial de hidrocarburos, se realiza por

la adición de una fase orgánica líquida que no puede ser mezclada -  
con agua. De acuerdo con la presente invención, como fase orgánica  
120 líquida prevista para la separación del negro de humo del agua se -  
emplea el aceite denso que en la oxo-síntesis se presenta como un -  
producto secundario, a fin de concentrar a continuación, dentro de  
un separador de plato, la suspensión de negro de humo y de aceite -  
denso formada.-

125 La capacidad del aceite denso para la absorción del negro  
de humo es excelente, y la separación de la suspensión de negro de  
humo y aceite denso de la fase acuosa se desarrolla de una forma --  
completa y con una rapidez extraordinaria.-

Dentro de la fase acuosa, que en su mayor parte es retor-  
nada a la instalación de lavado para el negro de humo, se encuentran  
130 disueltas tan sólo unas reducidas cantidades de aceite denso (menos  
del 0,5% en peso). Las mismas pueden ser eliminadas en una gran me-  
dida de la fase acuosa por medio de una evaporación de tipo relámpa  
go.

135 Dentro del aceite denso enriquecido con el negro de humo  
se puede conseguir una concentración de este negro de humo del 10 -  
hasta el 15% en peso. Por regla general se hace retornar la fase de  
concentración a la instalación de carburación o gasógeno como sus-  
tancia de partida.-

140 La concentración de esta suspensión de aceite denso y ne-  
gro de humo puede ser regulada mediante la recirculación hacia el -  
separador de plato. Por adición de aceite del proceso a esta co- -  
rriente que dentro de la centrifuga no es mezclada con el aceite --  
denso empleado para la extracción del negro de humo el consumo en a  
145 ceite denso puede ser aún más reducido, por lo que es posible una -  
adaptación a la cantidad de aceite denso disponible procedente del  
procedimiento de la oxo-síntesis.-

Hasta la presente se partía en la separación del negro de  
humo del agua de lavado del hecho que para obtener una extracción -  
150 completa del negro de humo de la fase acuosa es necesario emplear -  
hidrocarburos líquidos estuviesen exentos de negro de humo. De este  
modo habría de ser evitado ante todo el que unas partículas muy finas

del negro de humo permaneciesen suspendidas en el agua. Por este -  
motivo se separaban, los hidrocarburos de las suspensiones de hidro  
155 carburos negro de humo por destilación. Se subestimaba además, la -  
separación mecánica de una parte del líquido de la suspensión en -  
relación a su volumen y su efecto sobre la rentabilidad del proce-  
dimiento en su conjunto.-

Sorprendentemente se ha descubierto que para el tratamien  
160 to del agua que contiene negro de humo no es necesario emplear unos  
medios de suspensión que estén completamente exentos de pequeñas -  
partículas de negro de humo. Al contrario, pueden ser empleados --  
también aquellos medios de suspensión que contengan pequeñas parti  
culas de negro de humo. Existe, por lo tanto, la posibilidad de se  
165 parar de una forma mecánica la parte principal del aceite denso --  
cargado con negro de humo, el cual sirvió para efectuar la separa-  
ción de éste negro de humo del agua. Conforme a la presente inven-  
ción, se emplean para ello los separadores de plato que garantizan  
una separación suficiente entre la fase líquida y la fase sólida. De  
170 esta manera existe la posibilidad de separar el 80 hasta el 90% del  
aceite denso que está comprendido en la suspensión.

El ciclo de trabajo conforme a la presente invención se  
describe a continuación por medio del esquema adjunto de este pro-  
cedimiento.-

175 A través de las tuberías, 1 y 2, se alimenta un reactor  
de carburación o gasógeno 3 con oxígeno y con fuel-oil. El gas de  
síntesis, que está compuesto por monóxido de carbono y hidrógeno,-  
y contiene negro de humo, es liberado de este negro de humo por --  
agua dentro de una instalación de lavado de negro de humo 4. A tra  
180 vés de una tubería 5, el gas de síntesis es llevado para su aplica  
ción ulterior. La mezcla de negro de humo y agua es conducida a --  
través de la tubería 6, a un depósito de decantación 7 al que se -  
suministra simultáneamente, aceite denso a través de un conducto 8.  
Dentro de éste depósito de decantación 7 tiene lugar la separación  
185 de fases. La fase de aceite denso y negro de humo sale del depósi-  
to de decantación 7 por medio de la tubería 9, mientras que el agua  
purificada es evacuada a través de una tubería 11, con el fin de -

ser empleada de nuevo como agua de reciclaje dentro de la instalación de lavado 4 para el negro de humo. El excedente de agua sale de este proceso por medio de la tubería 12. La mezcla de aceite denso y negro de humo, que sale del depósito de decantación a través de la tubería 9, entra en un separador de plato 10, dentro del cual tiene lugar la separación en una fase enriquecida con negro de humo y en una fase purificada. La sustancia purificada (o sea, el aceite denso con un remanente de negro de humo de aproximadamente el 0,3%), que sale por la tubería 13, es conducida de nuevo hacia el depósito de decantación 7. La fase concentrada, con un contenido en negro 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 el aceite de adición a fin de ser conducida al reactor de carburación 3 a través de una tubería 16 y por medio de una bomba 17. Una parte de la corriente es recirculada, por medio de la tubería 18, por delante de las toberas del separador de plato.

#### REVINDICACIONES

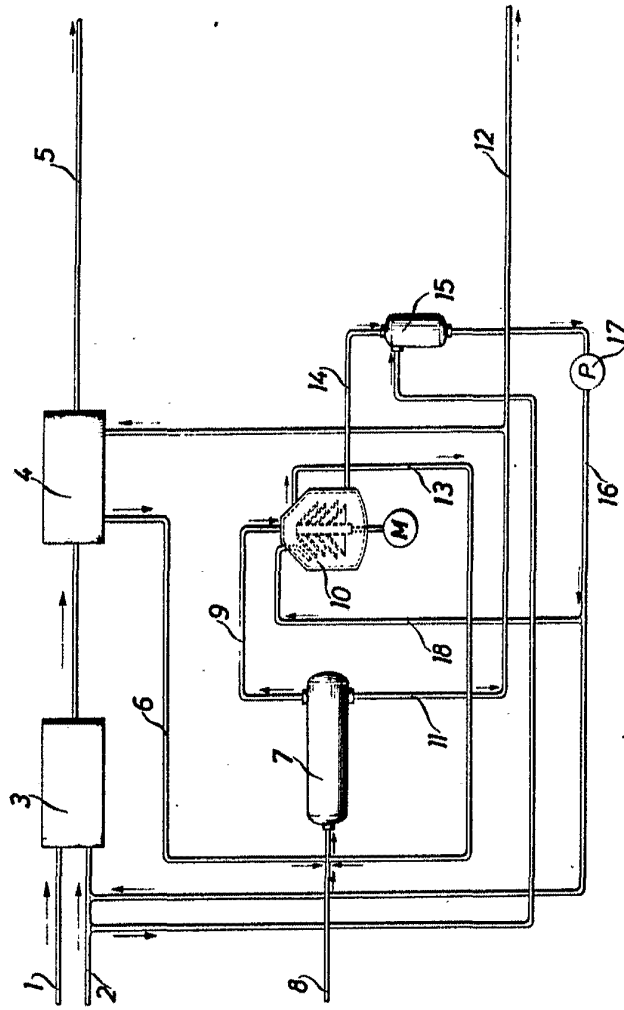
19.- Procedimiento para la separación de negro de humo de los productos de oxidación parcial de hidrocarburos; en especial del agua que se presenta en el lavado de gas de síntesis producido por la oxidación parcial de hidrocarburos, mediante la adición de una fase líquida orgánica no miscible con agua, caracterizado porque se emplean, como fase orgánica líquida para la separación de negro de humo del agua, los productos de mayor punto de ebullición (aceites densos) que se presentan en la oxo-síntesis, como productos secundarios, concentrándose a continuación la originada suspensión de negro de humo y aceite denso, en un separador de plato.

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

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

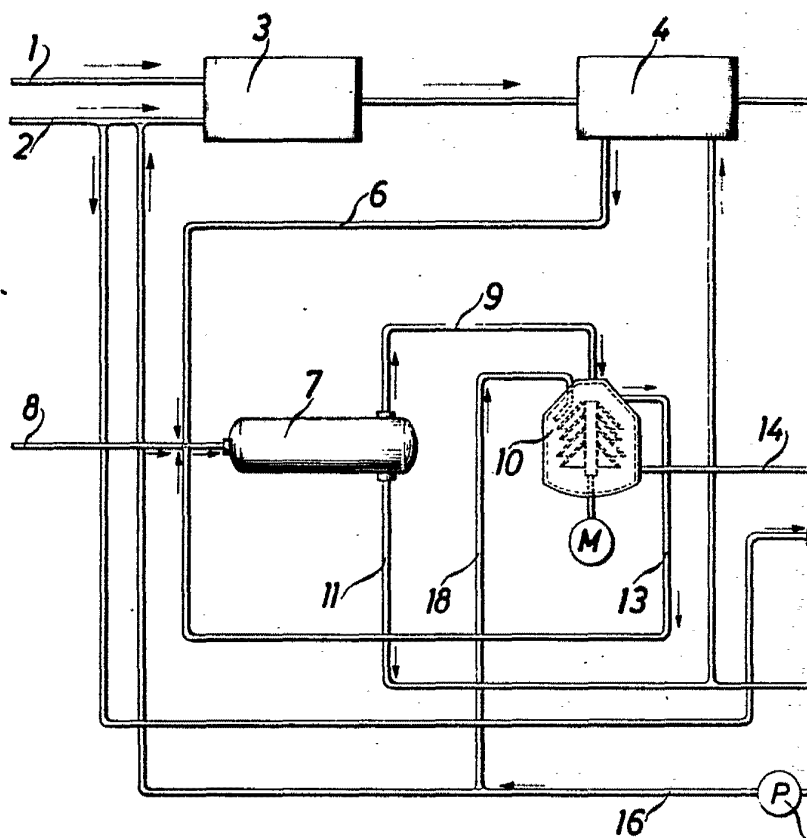
Madrid,

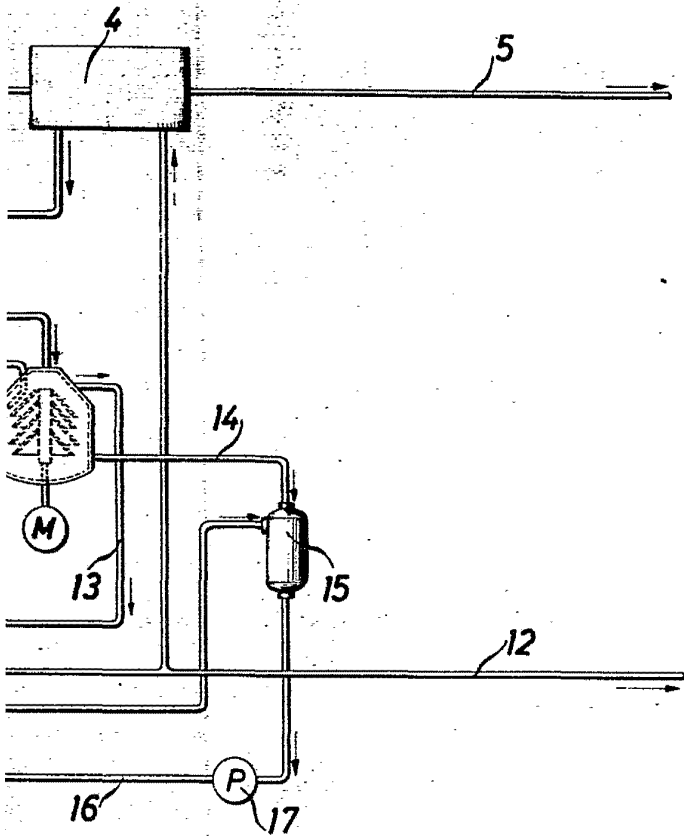
7 DE 1975  
M. V. DE LA TORRE  
P. E.  
Emilio García Arteaga



17 DIC. 1975

MAPA DE LA TORRE  
ESPAÑA VARIANTE





7 DIC. 1975

M. V. DE LA TORRE  
ESCALA VARIABLE

Emilio García Arteaga

**POOR  
QUALITY**