

443769

Int. Cl. E105

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: TEXACO DEVELOPMENT CORPORATION

RESIDENCIA: 135 East 42nd. Street NEW YORK,

New York 1007, Estados Unidos

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION

DE MEZCLAS GASEOSAS QUE COMPRENDEN

H₂ y CO.

Prioridad: Patentes estadouniden- n.º 535,605 del 23-12-74
ses. 535,607 del 23-12-74

1 Esta invención se refiere a un procedimiento continuo
para la recuperación de carbono en partículas del gas de sín-
tesis y especialmente de las dispersiones de carbono en
agua.

5 El gas de síntesis crudo que sale de un generador de
gas de síntesis por oxidación parcial está constituido prin-
cipalmente por CO y H₂ junto con pequeñas cantidades de car-
bono finamente dividido o carbono en partículas. Preferible-
mente, el carbono en partículas puede ser separado de la co-
10 rriente gaseosa efluente por contacto del gas con agua, en
una zona de enfriamiento y lavado. Las partículas de hollín de
carbono finamente dividido son mojadas por el agua forman-
do una mezcla de carbono en partículas y agua. El carbono en
partículas producido en la manufactura de gas de síntesis es
15 único y los problemas asociados con la separación del carbo-
no del gas de síntesis no son iguales a los encontrados en
la separación del carbono o de los sólidos obtenidos por
otros procedimientos. Por ejemplo, las finas partículas de
carbono de la oxidación parcial son desusadas ya que se se-
20 dimentan en el agua solamente en una proporción del 1,0 al
3,0 % en peso, mientras que los negros de humo convenciona-
les pueden sedimentarse a concentraciones de hasta el 10 %
en peso.

25 Para producir gas de síntesis económicamente, es im-
portante separar agua limpia de la mezcla de carbono en agua
para ser utilizada de nuevo. Sin embargo, el fino tamaño de
partícula del carbono de este hollín hace que los métodos
de filtración ordinarios resulten difíciles y la separación
por la acción de la gravedad es antieconómica debido a los
30 excesivos tiempos de sedimentación, del orden de 1-2 días

1 aproximadamente. Además, los procedimientos de extracción con
hidrocarburos líquidos para la recuperación del carbono en
partículas, como los descritos en la solicitud de patente es-
tadounidense coasignada nº 2.992.906 de F.E. Guptill, Jr.,
5 requieren grandes volúmenes de disolvente extractante. Esto
a su vez requiere un equipo auxiliar del proceso de mayor ta-
maño. Además, bajo ciertas condiciones, pueden formarse mo-
lestas emulsiones que son difíciles de separar, por adición
de un gas a la dispersión de carbono en aceite. Mediante el
10 procedimiento de nuestra invención, el carbono en partículas
es rápida y sencillamente separado del agua de apagado y la-
vado, permitiendo reciclar el agua limpia y el disolvente ex-
tractante.

15 El procedimiento Oxo es la aplicación comercial de una
reacción química denominada Oxonación o, más apropiadamente,
hidroformilación. En esta reacción, se adicionan hidrógeno y
monóxido de carbono sobre un enlace olefínico para producir
aldehidos que contienen un átomo de carbono más que la ole-
fina.

20 El procedimiento Oxilo es un método para producir di-
rectamente alcoholes por reducción catalítica de monóxido de
carbono con hidrógeno de forma que se combinan entre sí va-
rios átomos de carbono parcialmente reducidos. Esencialmente
se trata de un procedimiento Fischer-Tropsch que produce pre-
25 ferentemente compuestos oxigenados constituídos principalmen-
te por alcoholes.

30 En un aspecto importante, el procedimiento continuo
de esta invención se refiere a un método para la producción
de mezclas gaseosas que comprende H_2 y CO y recuperación de
carbono en partículas de dichas mezclas, mediante las opera-

1 ciones de:

5 (1) reacción por oxidación parcial de un combustible hidrocarbonoso con un gas que contiene oxígeno libre, en la zona de reacción de un generador de gas no catalítico de pa-
so libre, a una temperatura comprendida entre unos 1300 y 3500°F (704 y 1926°C) y una presión comprendida entre 1 y 300 atmósferas, en presencia de un moderador de temperatura, para producir una corriente gaseosa efluente que contiene H₂, CO, CO₂, H₂O, carbono en partículas arrastrado y por lo
10 menos un miembro del grupo formado por H₂S, COS, CH₄, A y N₂;

15 (2) introducción de dicha corriente gaseosa efluente en zonas de enfriamiento del gas y lavado del gas en las que la corriente gaseosa es enfriada y puesta en contacto con agua para efectuar la separación de dicho carbono en partículas de la corriente gaseosa efluente y producir una dispersión de carbono en agua;

20 (3) separación de las impurezas gaseosas de la corriente gaseosa que sale de (2) produciendo una corriente gaseosa producto constituida por H₂ y CO;

25 (4) puesta en contacto de la citada dispersión de carbono en agua con un extractante orgánico líquido del grupo formado por una fracción líquida ligera obtenida en la zona de destilación de (6), una corriente ligera de centrífuga de carbono en extractante obtenida en la zona de separación cen-
trífuga en (5) y mezclas de los mismos; donde la cantidad de dicho extractante orgánico líquido agregada a la citada dispersión de carbono en agua es suficiente para que todas las partículas de carbono de dicha dispersión de carbono en agua se vuelvan hidrófobas y para resolver la dispersión de carbono en agua y separación de una corriente de agua clarifica-
30

1 da y una corriente distinta de dispersión de carbono en extractante en una zona de separación;

(5) introducción de dicha dispersión de carbono en extractante procedente de (4) en una zona de separación centrífuga, retirando independientemente de dicha zona de separación centrífuga una corriente centrifugada espesa de dispersión de carbono en extractante con un contenido en carbono comprendido aproximadamente entre 1 y 10 % en peso y una corriente centrífuga diluida de dispersión de carbono en extractante con un contenido en carbono comprendido aproximadamente entre

0,05 y 1,0 % en peso; desgasificación de dicha corriente diluida e introducción de la citada corriente en dicha zona mezcladora en (4), como se ha descrito anteriormente, como porción del extractante orgánico líquido, retirada de una corriente de agua parcialmente clarificada de dicha zona de separación y reciclado de dicho agua a la zona lavadora de gas en (2) para lavar el carbono de la corriente gaseosa efluente procedente del generador de gas, introduciendo dicha corriente centrifugada espesa de dispersión de carbono en extractante en mezcla con combustible hidrocarbonado líquido pesado nuevo en una zona de destilación fraccionada y

(6) separación de una fracción líquida ligera de dicha zona de destilación y reciclado de la misma a la citada zona mezcladora en (4) como se ha descrito anteriormente, como parte de dicho extractante líquido ligero; retirada de dicha zona de destilación de una suspensión de colas de carbono bombeable e introducción de la misma en dicho generador de gas como parte por lo menos de dicho combustible.

El gas de síntesis puede ser producido a la presión y a la relación molar H_2/CO apropiadas para la introducción

1 directa en un proceso Oxo u Oxilo. Ventajosamente, una mezcla
de subproductos orgánicos líquidos producida en dicho proce-
so Oxo u Oxilo puede ser fácilmente tratada en un generador
de gas de síntesis como parte del combustible.

5 El gas de síntesis preferiblemente comprende H_2 y CO
y puede contener cantidades relativamente pequeñas de CO_2 ,
 H_2O , CH_4 , H_2S , N_2 , COS , A, carbono en partículas y cenizas
combustibles. Puede ser fabricado por oxidación parcial de
10 un combustible hidrocarbonado en un generador de gas de sínte-
sis de paso libre. Por ejemplo, se hace reaccionar un combus-
tible hidrocarbonado líquido, como fuel-oil, con un gas que
contiene oxígeno libre y vapor de agua, a una temperatura man-
tenida autógenamente entre unos 1300 y 3500°F (704 y 1926°C)
y a una presión comprendida entre 1 y 300 atmósferas.

15 Lavando la corriente gaseosa efluente del generador
de gas con agua en una zona lavadora de gas, el carbono en
partículas puede ser separado de la corriente gaseosa en for-
ma de dispersión bombeable de carbono en agua que contiene
alrededor de 0,5 a 3 % en peso de carbono. Esta dispersión de
20 carbono en agua se trata después con un extractante orgánico
líquido para separar el carbono del agua. El extractante orgá-
nico líquido puede seleccionarse entre el grupo formado por
una mezcla de subproductos orgánicos líquidos procedentes del
proceso Oxo u Oxilo, un combustible hidrocarbonado líquido li-
25 gero y mezclas de los mismos. El extractante orgánico líqui-
do anterior puede ser obtenido posteriormente en el procedi-
miento a partir de una corriente centrifugada diluida de dis-
persión de carbono en extractante o de una fracción líquida
30 ligera procedente de una zona de destilación o preferiblemen-
te a partir de ambas fuentes. También puede introducirse en el

1 sistema extractante limpio complementario procedente de una
fuente externa. El combustible hidrocarbonado líquido ligero
es descrito con más detalle más adelante y puede estar selec-
5 cionado entre el grupo formado por butanos, pentanos, hexa-
nos, gasolina, queroseno, nafta, gas-oils ligeros y mezclas
de los mismos.

La cantidad de extractante orgánico líquido introduci-
da es suficiente para que todas las partículas de carbono de
la dispersión de carbono en agua se vuelvan hidrófobas y pa-
10 ra resolver la dispersión de carbono en agua. Como se descri-
be más adelante, el extractante puede ser agregado en una o
dos fases. El extractante líquido forma con el carbono de la
dispersión de carbono en agua una dispersión bombeable de car-
bono en extractante que contiene alrededor de 0,5 a 5 % en
15 peso de carbono. Se separa una capa de agua clarificada en
un decantador y cae al fondo. La capa de agua se saca del de-
cantador y puede ser reciclada a la zona lavadora. La disper-
sión de carbono en extractante que se forma y flota sobre la
capa acuosa se retira y concentra en una zona de separación
20 centrífuga.

La dispersión líquida de carbono en extractante que se
saca del decantador se concentra por separación centrífuga en
una centrífuga comercial. Ventajosamente, retirando una par-
te del extractante líquido en la corriente de cabezas del de-
25 cantador por separación centrífuga, puede reducirse el tamaño
y la carga calorífica del destilador de extractante utilizado
más adelante en el proceso. Simultáneamente, se produce una
corriente centrifugada diluída de extractante que contiene
una cantidad minoritaria de carbono. Esta corriente centrfu-
30 gada diluída es reciclada después al mezclador o al decanta-

1 dor o a ambos para resolver la dispersión de carbono en agua.

5 Las centrífugas industriales como las descritas en Perry's Chemical Engineers' Handbook, por Perry, Chilton y Kirkpatrick, cuarta edición, McGraw Hill, págs. 19-86 a 19-100, emplean la aceleración centrífuga que es muchas veces superior a la aceleración gravitatoria. La fuerza centrífuga produce la sedimentación de partículas sólidas a través de una capa de líquido o la filtración de un líquido a través de un lecho de sólido poroso. La fuerza centrífuga, comúnmente expresada en múltiplos de la fuerza de la gravedad normal, varía con la velocidad de rotación y con la distancia radial desde el centro de rotación.

10 Las centrífugas de disco, ilustradas por ejemplo en la Figura 19-139 de la obra Perry's Chemical Engineers' Handbook, desarrollan de 4000 a 10.000 veces la fuerza de la gravedad. Las centrífugas de disco presentan unos diámetros de la vasija comprendidos aproximadamente entre 7 y 32" (17,8 y 81,3 cm), una distancia entre discos comprendida aproximadamente entre 0,015 y 0,50" (0,381 y 12,7 mm), un número de discos de 30 a 130 aproximadamente y un semiángulo de disco comprendido entre 35 y 50 aproximadamente. Las centrífugas de disco y otras centrífugas convencionales son adecuadas para uso en el procedimiento de esta invención.

25 La corriente centrifugada densa (espesa) en mezcla con combustible hidrocarbonado líquido pesado es introducida en una zona de destilación fraccionada convencional. La relación de combustible hidrocarbonado líquido pesado a extractante líquido ligero en la corriente centrifugada espesa está comprendida aproximadamente entre 0,02 y 40 libras/libra

30

1 (0,02 y 40 kg por kg). Por ejemplo, una fracción de combus-
tible hidrocarbonado líquido ligero con un punto de ebulli-
ción a la presión atmosférica comprendido aproximadamente
5 entre 100 y 500°F (38 y 260°C) puede ser retirada de dicha
zona de destilación, enfriada, licuada y reciclada a dicha
zona mezcladora por lo menos como parte del extractante.

La cantidad total de fracción líquida ligera proce-
dente de la zona de destilación que se introduce en el decan-
tador, en las realizaciones en una o dos fases, puede ser
10 alrededor de 0,05 a 20 partes en peso de fracción líquida li-
gera por parte en peso de corriente centrifugada diluída que
comprende la dispersión de carbono en extractante. En la ope-
ración en el decantador en dos fases, preferiblemente se in-
troduce toda la corriente centrifugada diluída en el decan-
15 tador en la segunda fase. Sin embargo, una pequeña parte, es
decir hasta el 25 % en peso de la cantidad total de corrien-
te centrifugada diluída, puede ser introducida además en la
zona mezcladora en la primera fase junto con la citada frac-
ción líquida ligera. Sin embargo, la corriente centrifugada
20 diluída puede ser introducida solamente en la primera fase
en otra realización.

Cuando el extractante orgánico líquido comprende di-
cho combustible hidrocarbonado líquido ligero, entonces la
25 suspensión de colas de carbono, líquida y bombeable, proce-
dente de la citada zona de destilación contiene carbono en
partículas procedente de la dispersión de carbono en extrac-
tante y la porción no vaporizada de dicho combustible hidro-
carbonado líquido pesado. Esta suspensión de carbono puede ser
30 introducida en el generador de gas de síntesis constituyendo
por lo menos parte de la alimentación.

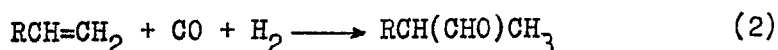
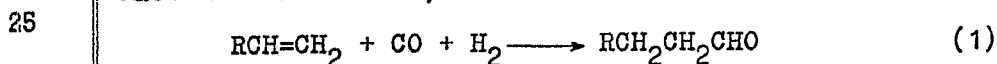
1 Alternativamente, cuando el extractante orgánico lí-
quido está constituido por una mezcla de subproductos orgá-
nicos líquidos procedentes de un proceso Oxo u Oxilo, enton-
ces la suspensión de colas de carbono, líquida y bombeable,
5 procedente de dicha zona de destilación comprende carbono en
partículas, la porción no vaporizada de dicho combustible hi-
drocarbonado líquido denso y la porción no vaporizada de di-
chos subproductos orgánicos líquidos procedentes del proceso
Oxo u Oxilo. Esta suspensión de carbono puede ser introduci-
10 da en el generador de gas de síntesis constituyendo por lo
menos parte de la alimentación.

Los combustibles hidrocarbonados líquidos pesados ade-
cuados para uso en el procedimiento son, por ejemplo, desti-
15 lados pesados, fuel-oil residual, fuel-oil de bunker, fuel-
oil nº 6 y mezclas de los mismos. El contenido en carbono
de dicha suspensión de colas es del orden de 0,5 a 25 % en
peso. Ventajosamente se mezcla con dicha suspensión de colas
una mezcla de subproductos orgánicos líquidos procedente de
un proceso Oxo u Oxilo en una proporción de alrededor de 1
20 a 99 % del peso de la mezcla así producida. Esta mezcla pue-
de ser alimentada al generador de gas de síntesis como co-
rriente de alimentación. Alternativamente, la mezcla puede
ser quemada como combustible en un horno. El agua clarifica-
da procedente de la zona de separación es opcionalmente puri-
25 ficada y reciclada a dicha zona lavadora de gas para lavar
la corriente gaseosa efluente del generador de gas.

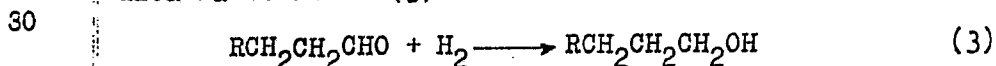
Las impurezas gaseosas de la corriente gaseosa efluen-
te del generador de gas de síntesis pueden ser separadas de
una forma que será descrita con más detalle para producir
30 gas de síntesis, es decir, mezclas de H_2 más CO con una rela-

1 ción molar H_2/CO comprendida entre 0,9 y 2,0 moles de H_2 por
mol de CO . Puede producirse gas de síntesis con una relación
molar específica H_2/CO para su introducción en dicho proce-
so Oxo u Oxilo.

5 En una realización de la invención, se utilizan las
mezclas de monóxido de carbono e hidrógeno producidas en el
generador de gas de síntesis como alimentación del conocido
proceso catalítico Oxo u Oxilo. Los subproductos orgánicos
líquidos procedentes del proceso Oxo u Oxilo pueden ser uti-
10 lizados entonces como extractante orgánico líquido anterior-
mente descrito. Además, estos subproductos orgánicos líqui-
dos pueden ser introducidos en dicho generador de gas de sín-
tesis como parte del combustible. El gas de síntesis produci-
do por el procedimiento de esta invención, con una relación
15 molar H_2/CO comprendida aproximadamente entre 1 y 2 moles de
 H_2 por mol de CO , se introduce en el proceso Oxo, en el que
se adiciona monóxido de carbono e hidrógeno a una olefina en
presencia de un catalizador de cobalto, por ejemplo a una tem-
peratura comprendida entre 100 y 200°C aproximadamente y a
20 una presión comprendida entre 65 y 300 atmósferas aproxima-
mente, para producir un aldehído que contiene un átomo de
carbono más que la olefina original. Así, puede adicionarse
un átomo de hidrógeno y un grupo formilo sobre el doble en-
lace de una olefina, como indican las ecuaciones (1) y (2):



Opcionalmente, pueden producirse alcoholes normales a
partir de los aldehídos normales por hidrogenación, como in-
dica la ecuación (3):



1 La reacción Oxo es homogéneamente catalizada por carb-
nilos de los metales del grupo VIII, hierro, cobalto, níquel,
rutenio, rodio, paladio, osmio, iridio y platino. Sin embar-
5 go, el cobalto es el único metal cuyos catalizadores carboní-
licos son de importancia industrial, v.g. $\text{Co}_2(\text{CO})_8$, $\text{HCo}(\text{CO})_4$
y $\text{Co}_4(\text{CO})_{12}$.

Los tiempos de reacción varían entre unos 5y60 minu-
tos. La alimentación de gas de síntesis al proceso Oxo u Oxi-
10 lo contiene 1-2 moles de hidrógeno por mol de monóxido de
carbono.

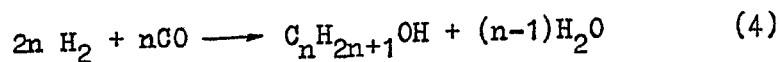
Diversas materias primas olefinicas contienen etileno
para producir propionaldehido, propileno para producir buti-
raldehido y pentilenos, heptilenos, nonilenos y dodecilenos
15 para producir alcoholes Oxo superiores. Pueden utilizarse
dímeros y trímeros de isobutilenos. Los productos de cadena
lineal se prefieren a los productos de cadena ramificada.
Por ejemplo, el butiraldehido normal puede ser convertido en
butanol o 2-etil-1-hexanol pero él isobutiraldehido no puede
20 ser convertido en estos compuestos. Las temperaturas más ba-
jas y las presiones más altas de monóxido de carbono favore-
cen al isómero de cadena lineal.

Las etapas de transformación requeridas para obtener
un producto Oxo económicamente son: (1) hidroformilación o
25 reacción Oxo en un reactor Oxo a una temperatura comprendida
aproximadamente entre 100 y 200°C y una presión de 65-500
atmósferas aproximadamente; (2) separación del catalizador
de la mezcla de reacción (descobaltación); (3) recuperación
del catalizador de cobalto y transformación para ser utili-
30 zado de nuevo; (4) refinado del aldehido producido y, opcio-
nalmente (5) hidrogenación a una temperatura comprendida en-

1 tre 50 y 250°C aproximadamente y a una presión de unas 50-
3500 psi (3,5 a 246 atmósferas) para producir alcoholes y
(6) refinado del alcohol. Los productos Oxo, tanto aldehidos
5 como alcoholes, son refinados en un equipo de destilación
convencional. Puede utilizarse un tratamiento químico para
eliminar las trazas de impurezas.

10 El proceso Oxilo definido aquí es un método para la
producción de una mezcla de compuestos orgánicos oxigenados
por reducción catalítica de monóxido de carbono con hidró-
geno, a una temperatura comprendida aproximadamente entre
175 y 450°C y a una presión de unas 10 a 200 atmósferas. La
relación H₂/CO puede estar comprendida entre 0,9 y 2 moles
aproximadamente de H₂ por mol de CO. Las velocidades espacia-
les pueden oscilar entre 100 y 500 volúmenes de alimentación
15 seca por volumen de catalizador y por hora o más, calculadas
sobre la alimentación limpia. Pueden utilizarse catalizadores
de hierro fundido y precipitado. El catalizador de hierro
puede contener cobre, óxido cálcico, diatomita y puede es-
tar impregnado con hidróxido potásico. Pueden utilizarse ca-
20 talizadores de nitruro de hierro.

El proceso Oxilo para la producción de alcoholes pue-
de ser ilustrado por la ecuación (4):



25 Los alcoholes pueden ser posteriormente convertidos
en olefinas y parafinas.

30 Esencialmente, el proceso Oxilo es un proceso Fischer-
Tropsch, modificado que produce preferentemente compuestos
oxigenados constituidos principalmente por alcoholes. Además
de los alcoholes de cadena lineal que predominan y algunos
ésteres de cadena secundaria que aparecen como subproductos,

1 pueden producirse otros compuestos oxigenados, parafinas e
hidrocarburos olefínicos. Las olefinas pueden ser tratadas
por el proceso Oxo (hidroformilación seguida de hidrogenación)
para aumentar el rendimiento de alcoholes.

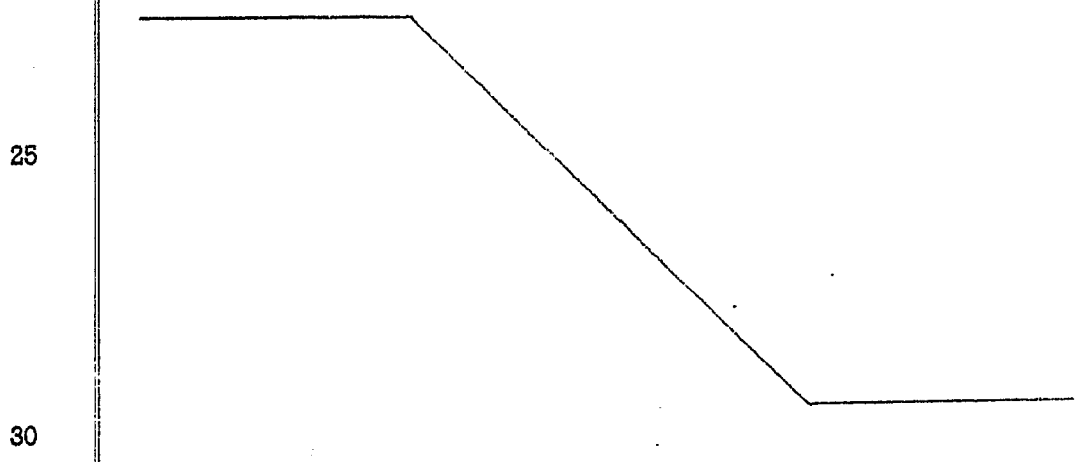
5 Por ejemplo, puede producirse una mezcla de compuestos
oxigenados alifáticos que contiene aproximadamente un 30 %
de alcoholes además de ácidos, aldehidos, olefinas y ésteres,
convirtiendo mezclas gaseosas de $H_2 + CO$ sobre limaduras de
hierro alcalinizadas, a una presión de 150 atmósferas y a una
10 temperatura de 400-450°C.

Otro proceso Oxilo opera a una presión comprendida en-
tre unas 10 y 50 atmósferas y a una temperatura de 175-230°C
aproximadamente. Se utilizan catalizadores de hierro fundi-
do del tipo convencional en la síntesis de amoniaco y grandes
15 velocidades espaciales. Puede emplearse gas reciclado para
aumentar la duración del catalizador: 7-20 volúmenes de gas
reciclado por volumen de gas de síntesis limpio. Mediante es-
te proceso pueden producirse alcoholes de cadena lineal, por
ejemplo hasta C_{12} .

20 Los subproductos aquí descritos son co-productos orgá-
nicos normalmente líquidos, formados en la hidroformilación
o en el proceso Oxilo y están constituidos por materiales
orgánicos líquidos del grupo formado por alcoholes, aldehi-
dos, ésteres, cetonas, éteres, ácidos, olefinas, hidrocarbu-
25 ros saturados y mezclas de los mismos.

Una ventaja especial de esta invención es que el gas de
síntesis puede ser producido en un generador de gas de sínte-
sis a una presión adecuada para uso en el proceso Oxo u Oxilo.
De esta forma puede eliminarse un costoso compresor de gas.
30 Asimismo, la mezcla de subproductos orgánicos líquidos proce-

1 dente del proceso Oxo u Oxilo, que anteriormente puede haber
presentado un problema de eliminación de residuos, puede ser
ahora económicamente mezclada con la suspensión de colas de
5 carbono en hidrocarburo líquido pesado procedente de la zona
de destilación y quemada en el generador de gas como combus-
tible para producir más gas de síntesis. La composición espe-
cífica de la mezcla de subproductos orgánicos líquidos proce-
dente del proceso Oxo u Oxilo dependerá de las condiciones de
10 reacción, del tipo de sustancias reaccionantes y del procedi-
miento utilizado para refinar el producto. La cantidad de
cada constituyente en la mezcla puede tomarse de los interva-
los indicados en la Tabla I. Esta incluye muestras completas,
fracciones y el refinado después de la extracción con agua.
15 Si hay presente un grupo, puede haber más de un compuesto
de ese grupo en el extractante. Si, por ejemplo, la mezcla
contiene 65 % en peso de alcoholes normales e isoalcoholes
y 5 % en peso de ésteres, el total de los restantes consti-
tuyentes en la mezcla no puede pasar del 30 % en peso. El
20 término "subproductos" incluye por definición los productos
orgánicos líquidos de desecho del proceso Oxo u Oxilo que
tienen la composición indicada en las Tablas I y II.



1

TABLA I

Ingredientes en los subproductos orgánicos líquidos del pro-
ceso Oxo u Oxilo

5

<u>Grupo</u>	<u>Intervalo de carbonos</u>	<u>% en peso</u>
alcoholes	C ₃ a C ₁₆	2 a 75
ésteres	C ₆ a C ₂₈	5 a 70
aldehidos	C ₃ a C ₁₆	0 a 25
cetonas	C ₃ a C ₁₆	0 a 25
éteres	C ₆ a C ₂₈	0 a 50
10 ácidos	C ₃ a C ₁₆	0 a 10
olefinas	C ₅ a C ₁₅	0 a 30
hidrocarburos saturados	C ₅ a C ₂₈	0 a 50
agua		0 a 15

15

El análisis final de los subproductos orgánicos líquidos del proceso Oxo u Oxilo está indicado en la Tabla II. Los elementos pueden tomarse dentro de los intervalos indicados siempre que el porcentaje en peso total sea 100.

TABLA II

20

Análisis final de los subproductos orgánicos líquidos del pro-
ceso Oxo u Oxilo

25

	<u>% en peso</u>
carbono	alrededor de 55 a 90
hidrógeno	alrededor de 5 a 17
oxígeno	alrededor de 3 a 40

30

La concentración máxima preferida de ácido orgánico presente en la mezcla es inferior al 5 % en peso, por ejemplo 1-2 % en peso. Los ésteres orgánicos son los productos de reacción de alcoholes saturados primarios y ácidos orgánicos saturados de bajo peso molecular.

1 La composición de una mezcla orgánica líquida típica,
producida por ejemplo por el procedimiento descrito en
Hydrocarbon Processing, pág. 211, Noviembre 1969, Gulf Publis-
hing Co., Houston, Texas, que comprende los subproductos orgá-
5 nicos líquidos de un proceso Oxo está indicada en la Tabla III.

TABLA III

Composición de una mezcla típica que contiene subproductos
orgánicos líquidos procedentes del proceso Oxo

	<u>% en peso</u>
10 ésteres	56
éteres	20
aldehidos	5
cetonas	5
ácidos	5 y menos
15 hidrocarburos saturados	1 y menos
olefinas	1 y menos
alcohol	5
agua	2

20 Los ésteres de la mezcla anterior contienen un número
medio de carbonos igual a 12 y están formados por reacción
de alcoholes C₄ a C₉ y ácidos C₃ a C₈. Los éteres están muy
ramificados y tienen un número medio de carbonos igual a 12.
Los alcoholes incluyen butanol normal e isobutanol y alcohol
isopropílico. El análisis final de esta mezcla típica está
25 indicado en la Tabla IV.

TABLA IV

Análisis final de una mezcla típica que comprende subproduc-
tos orgánicos líquidos procedente del proceso Oxo

	<u>% en peso</u>
30 carbono	69,2
hidrógeno	12,0
oxígeno	18,8

1 Otras propiedades de esta mezcla típica se encuentran en la Tabla V.

TABLA V

Propiedades de una mezcla típica que comprende subproductos

5 orgánicos líquidos procedente del proceso Oxo

Peso específico	API	29,2
Densidad		0,87
Viscosidad	Centistokes	
	68°F (20°C)	4,1
10	122°F (50°C)	2,0
<u>Destilación</u>	<u>Volumen, %</u>	<u>ASTM</u>
	P.e. inicial	°F (°C)
	10	290 (143,3)
	20	326 (163,3)
15	30	344 (173,3)
	40	360 (182,2)
	50	376 (191,1)
	60	396 (202,2)
	70	422 (217,0)
20	80	450 (232,2)
	90	484 (251,1)
	95	526 (274,4)
	P.e.	532 (277,7)
		564 (295,5)

25 Preferiblemente, el generador de gas de síntesis en este procedimiento está constituido por una vasija de acero forrada de refractario, a presión, no catalítica, de paso libre, compacta y sin relleno, del tipo descrito en la solicitud de patente estadounidense coasignada nº 2.809.104, concedida a

30 D.M. Strasser y colaboradores, patente que se incorpora aquí por referencia.

1 El gas conteniendo oxígeno libre puede seleccionarse entre el grupo formado por aire, aire enriquecido en oxígeno (22 moles por ciento de O_2 y más) y preferiblemente oxígeno prácticamente puro (95 moles por ciento de O_2 y más).

5 El precalentamiento de las sustancias reaccionantes es opcional pero muy conveniente. Por ejemplo, el aceite hidrocarbonado y el vapor de agua pueden ser precalentados a una temperatura comprendida entre unos 100 y 700°F (38 y 371°C) y el oxígeno puede ser precalentado a una temperatura
10 comprendida entre unos 100 y 750°F (38 y 399°C).

Una amplia variedad de combustibles hidrocarbonados son adecuados como materiales de alimentación para el proceso de oxidación parcial ya sean solos, en combinaciones entre sí o adecuadamente en combinaciones con la suspensión de carbono en combustible hidrocarbonado líquido pesado procedente de la zona de destilación. Preferiblemente, pueden mezclarse
15 alrededor de 0,01 a 99 partes en peso de mezcla limpia de subproductos orgánicos líquidos procedentes de un proceso Oxo u Oxilo con cada parte en peso del producto de colas procedente de la zona de destilación fraccionada, que será descrito
20 más adelante.

Los combustibles hidrocarbonados incluyen los combustibles hidrocarbonados líquidos pesados y ligeros. Están incluidos los destilados y residuos de petróleo, gas-oil, fuel residual, crudo reducido, fuel-oil, crudo completo, aceite de alquitrán de hulla, aceite de pizarra, aceite de arenas alquitranosas y mezclas de los mismos.
25

Las suspensiones bombeables de materiales de alimentación carbonosos sólidos, es decir, lignita, hullas bituminosas y antracitas en agua o en dichos combustibles hidrocarbo-
30

1 nados líquidos están incluídas aquí como comprendidas dentro
de los límites de la definición de combustibles hidrocarbona-
dos que pueden ser alimentados al generador de gas. Análoga-
mente, las suspensiones bombeables de hollín de carbono en
5 partículas en un vehículo del grupo formado por combustible
hidrocarbonado líquido o residuos del mismo, subproductos
orgánicos líquidos de un proceso Oxo u Oxilo o residuos del
mismo y mezclas de éstos también son por definición combusti-
bles hidrocarbonados que pueden ser alimentados al generador
10 de gas.

El extractante combustible hidrocarbonado líquido li-
gero utilizado aquí tiene las siguientes características: pun-
to de ebullición atmosférico comprendido entre unos 100 y
500°F (38 y 260°C), grados API entre más de 20 y alrededor
15 de 100 y un número de átomos de carbono de 5 a 16 aproxima-
damente.

Los combustibles hidrocarbonados líquidos pesados
aquí utilizados tienen una densidad en grados API comprendida
entre -20 y 20 aproximadamente.

20 Es normal producir a partir de los combustibles hidro-
carbonados, por oxidación parcial, alrededor de 0,5 a 20 %
en peso de carbono libre en forma de hollín (basado en el car-
bono del combustible hidrocarbonado). El carbono libre en for-
ma de hollín es producido en la zona de reacción del genera-
25 dor de gas, por ejemplo por craqueo de combustibles hidrocar-
bonados. El carbono en forma de hollín evita los daños causa-
dos al forro refractario en el generador por los constituyen-
tes que están presentes como componentes de cenizas en los
aceites residuales. Con el crudo pesado o los fuel-oils, es
30 preferible dejar alrededor del 2 al 3 % en peso del carbono

1 en la alimentación en forma de carbono libre como hollín en
el producto gaseoso. Con los aceites destilados más ligeros,
se toman rendimientos de carbono en forma de hollín progre-
sivamente menores.

5 La cantidad de hollín en el gas de síntesis producido
puede ser controlada fundamentalmente regulando la relación
de oxígeno a carbono (O/C átomo/átomo) entre 0,7 y 1,5 áto-
mos de oxígeno por átomo de carbono en el combustible y has-
ta cierto punto regulando la relación ponderal de H₂O a com-
10 bustible hidrocarbonado en el intervalo de 0,15 a 3,0 libras
(kg) de H₂O por libra (kg) de combustible. En la relación
anterior, la relación O/C se basa en (1) el total de átomos
de oxígeno libre en la corriente oxidante más átomos de oxí-
15 geno combinado en las moléculas de alimentación de combusti-
ble hidrocarbonado y (2) el total de los átomos de carbono
en la alimentación de combustible hidrocarbonado más los áto-
mos de carbono en el carbón en partículas reciclado (hollín).
Como los subproductos Oxo y Oxilo contienen átomos de oxígeno
combinado, el oxígeno libre requerido para la gasificación es
20 menos del requerido para los hidrocarburos ordinarios. De he-
cho, se produce un efecto sinérgico que conduce a un consumo
de oxígeno todavía menor que el que podría esperarse de acuer-
do con la proporcionalidad directa. El agua es introducida
principalmente en la zona de reacción para contribuir a con-
25 trolar la temperatura de reacción, para actuar como dispersan-
te de la alimentación de combustible hidrocarbonado en la zo-
na de reacción y para servir como sustancia reaccionante que
aumenta la cantidad relativa de hidrógeno producida. Otros
30 moderadores de la temperatura son el gas rico en CO₂, una
porción enfriada del gas producido, gases secundarios enfria-

1 dos procedentes de una zona de reducción de mena integrada,
nitrógeno y mezclas de ellos.

5 En el procedimiento de esta invención se consiguen mu-
chas ventajas mediante la adición de un material hidrocarbona-
do que contenga oxígeno, como el encontrado en el subproducto
orgánico líquido del proceso Oxo u Oxilo, como parte de la
alimentación al generador de gas de síntesis. Por ejemplo,
para un nivel dado de producción de hollín, la cantidad de oxí-
geno libre suministrada a la zona de reacción del generador de
10 gas de síntesis y la relación ponderal de vapor de agua a
combustible pueden ser disminuídas produciendo importantes
ahorros de coste.

15 El carbono libre en forma de hollín que sale de la zo-
na de reacción, arrastrado en la corriente de gas de síntesis
producido, presenta algunas propiedades únicas. Es hidrofílico
y oleofílico. Es fácilmente dispersado en agua y tiene una gran
superficie específica. Por ejemplo, la superficie específica
del carbono libre en forma de hollín, determinada por absor-
ción de nitrógeno, oscila entre 100 y 1200 m²/g. El índice de
20 absorción de aceite, que es una medida de la cantidad de acei-
te de linaza requerida para humedecer un peso dado de carbono
en forma de hollín, oscila entre 1,5 y 5 cc de aceite por gra-
mo de carbono. Para más información relativa al método de en-
sayo para la determinación del índice de absorción de aceite
25 véase la norma ASTM Método D-281.

30 El carbono libre en forma de hollín, también denomina-
do aquí carbono en partículas, producido en este procedimien-
to, tiene un tamaño de partícula comprendido aproximadamente
entre 0,01 y 0,5 micras y comúnmente el diámetro de partícula
es de unas 77 milimicras. El carbono libre en forma de hollín

1 comprende alrededor de 92 a 94 % en peso de carbono, 0,1 a
4 % en peso de azufre y 3 a 5 % en peso de cenizas. Al ser
formado a altas temperaturas, está esencialmente exento de
materia volátil.

5 En una realización de esta invención, el efluente gaseoso
caliente de la zona de reacción del generador de gas de síntesis
puede ser rápidamente enfriado por debajo de la temperatura de
reacción, a una temperatura comprendida entre 180 y 700°F (82 y 371°C)
10 por enfriamiento directo en agua en una zona de contacto o enfriamiento
de gas-líquido. Por ejemplo, el agua refrigerante puede encontrarse
en una vasija enfriadora de carbón-acero o cámara situada inmediatamente
a continuación de la zona de reacción de dicho generador de gas.
15 Un conducto sumergido de gran diámetro, que comienza en el extremo
inferior de la zona de reacción y descarga debajo del nivel del agua
de la cámara enfriadora, sirve como conducto interconector entre la
zona de reacción y la zona de enfriamiento a través del cual pasan
los gases calientes producidos. Este paso también sirve esencialmente
20 para igualar la presión en las dos zonas. Un tubo de aspiración
concéntrico, abierto por ambos extremos, puede circundar a dicho
conducto sumergido y crear una corona circular a través de la cual
asciende vigorosamente la mezcla de gas enfriado y agua y salpica
contra la placa de soporte del piso del reactor. El agua y el gas
25 se separan entonces en la cámara enfriadora en el espacio situado
fuera del tubo de aspiración. La circulación de agua a través del
sistema de tubo de aspiración mantiene a todo el sistema enfriador
prácticamente a la misma temperatura del agua que sale de la
vasija enfriadora, que es también la temperatura del vapor de agua
30 saturado en la zona de enfriamiento.

1 miento.

El agua reciclada de la zona de lavado de carbono, que será descrita más adelante, es normalmente introducida a través de un anillo de enfriamiento situado en la parte superior del conducto sumergido para enfriar el metal en ese punto.

5 En la vasija enfriadora se generan grandes cantidades de vapor de agua y la cámara de enfriamiento puede ser conectada a una caldera a presión de gran producción.

10 El estado turbulento en la cámara de enfriamiento, causado por el gran volumen de gases que borbotean a través del espacio anular citado, ayuda al agua a lavar una gran parte de los sólidos del gas efluente para formar una dispersión de carbono en partículas no convertido y agua de enfriamiento. Además, el vapor de agua requerido para cualquier etapa de conversión por desplazamiento subsiguiente es recogido por el gas de síntesis efluente durante el enfriamiento. Para una descripción detallada de la cámara de enfriamiento, remitimos a 15 la solicitud de patente estadounidense coasignada nº 2.896.927, concedida a R.E. Nagle y colaboradores, que se incorpora aquí por referencia. Cualquier sólido residual en el gas de síntesis efluente, enfriado y lavado, que sale de la cámara de enfriamiento puede ser separado mediante un venturi convencional o lavador de chorro, como el descrito en Perry's Chemical 20 Engineers' Handbook, cuarta edición, McGraw-Hill Co., 1963, págs. 18-55 a 56.

25 Alternativamente, la corriente de gas efluente caliente procedente de la zona de reacción del generador de gas de síntesis puede ser enfriada a una temperatura comprendida entre unos 240 y unos 700°F (115 y 371°C) por intercambio indirecto de calor en una caldera de calor perdido. Las partículas

30

1 las sólidas arrastradas pueden ser después lavadas del gas de
síntesis efluente por contacto y nuevo enfriamiento de la co-
rriente efluente de gas de síntesis con agua de enfriamiento
5 en un aparato de contacto de gas-líquido, por ejemplo, un sis-
tema de conductos sumergido enfriador, una torre de atomiza-
ción, un venturi o un lavador de chorro, un contactor de pla-
to de burbujas, una columna rellena o una combinación de estos
equipos. Para una descripción detallada del enfriamiento de
gas de síntesis mediante una caldera de calor perdido y una
10 torre lavadora, remitimos a la patente estadounidense coasig-
nada nº 2.999.741, concedida a R.M. Dille y colaboradores e
incorporada aquí por referencia.

Es conveniente mantener la concentración de carbono en
partículas en las corrientes de agua enfriadora y lavadora del
15 gas en una proporción comprendida aproximadamente entre 0,5
y 3 % en peso y preferiblemente inferior a alrededor del
1,5 % en peso. De esta forma, la dispersión de carbono en agua
se mantiene suficientemente fluida para ser bombeada fácil-
mente a través de las conducciones y para el procesado pos-
20 terior.

La temperatura en la zona lavadora está comprendida
aproximadamente entre 180 y 700°F (82 y 371°C) y preferible-
mente entre unos 250 y 550°F (121 y 288°C). La presión en la
zona lavadora está comprendido entre 1 y 250 atmósferas y
25 preferiblemente es de 25 atmósferas como mínimo. Adecuadamen-
te, la presión en la zona lavadora es aproximadamente igual a
la reinante en el generador de gas menos la caída de presión
ordinaria en la línea.

30 Con respecto a la economía del proceso, es importante
que el carbono en partículas sea separado de la dispersión de

1 carbono en agua y el agua clara resultante sea reciclada y
reutilizada para enfriar y lavar carbono en partículas adi-
cional procedente del gas de síntesis. En una realización en
una sola etapa de este procedimiento, toda la fracción líquida
5 da ligera anteriormente descrita procedente de la zona de des-
tilación en mezcla con la totalidad de dicha corriente de cen-
trífuga diluída puede ser mezclada con la dispersión de carbo-
no en agua de una sola vez. De esta forma es resuelta la dis-
persión de carbono en agua y el carbono se separa del agua.
10 En esta realización, la cantidad en peso de dicha mezcla de
fracción líquida ligera y corriente centrifugada diluída que
se mezcla con la dispersión de carbono en agua en una zona
mezcladora está comprendida aproximadamente entre 10 y 200
veces y preferiblemente entre 20 y 100 veces el peso del car-
15 bono en partículas en la dispersión de carbono en agua. Esta
cantidad es suficiente para que todo el carbono en partículas
se vuelva hidrófobo y resolver la dispersión de carbono en
agua. El agua clarificada se separa del carbono en partículas
y se produce una dispersión de carbono-extractante. Esta es
20 una dispersión bombeable de carbono en partículas en extrac-
tante conteniendo alrededor de 0,5 a 5 % en peso de carbono
y preferiblemente alrededor de 0,5 a 3 % en peso de carbono.

La dispersión mencionada de carbono en agua puede po-
nerse en contacto con dicho extractante líquido por cualquier
25 medio, por ejemplo mediante una válvula mezcladora, un mezcla-
dor estático, un mezclador de tabiques, una bomba, un orifi-
cio, una boquilla, un mezclador propulsor o un mezclador de
turbina. Una presión elevada hace posible el uso de un extrac-
tante con un punto de ebullición más bajo. La temperatura ele-
30 vada facilita la separación de fases.

1 La corriente mezclada se pasa a una zona de separación
de fases, por ejemplo un decantador o tanque que proporciona
una zona de sedimentación relativamente quieta. En la zona
de separación, también conocida como decantador, el agua cla-
5 rificada cae al fondo por la acción de la gravedad. Sobre el
agua clarificada puede flotar una dispersión de carbono en di-
cho extractante líquido ligero. El volumen del tanque de se-
dimentación debe ser suficiente para permitir un tiempo de
permanencia adecuado, preferiblemente de 2 minutos como míni-
10 mo y habitualmente comprendido entre 5 y 15 minutos aproxima-
damente.

 La presión en la zona de sedimentación o decantador
debe ser suficiente para mantener el extractante y el agua
en fase líquida, v.g. 1 a 200 atmósferas, según la tempera-
15 tura. La temperatura en el decantador será igual o inferior
a la de la dispersión de carbono en agua que abandona la zo-
na lavadora, por ejemplo entre la ambiente y 700°F (371°C) y
preferiblemente entre unos 200 y 550°F (93 y 288°C).

 El agua clarificada se saca del decantador y por lo me-
20 nos una parte en mezcla con agua limpia puede ser reciclada a
la zona de lavado. Opcionalmente, por lo menos una parte de
los constituyentes solubles en agua, disueltos, procedentes
del extractante puede ser separada del agua clarificada por
medios convencionales antes de que el agua sea reciclada a la
25 zona de lavado.

 Por ejemplo, la corriente de agua clarificada puede
ser introducida en una zona de separación de gas-líquido don-
de la presión cae súbitamente. Se evapora instantáneamente
una fracción gaseosa ligera que se enfría por debajo del pun-
30 to de rocío para separar gases ligeros no condensados, agua y

1 compuestos hidrocarbonados líquidos solubles en agua. El agua
clarificada se saca de la zona de separación y se recicla a
la zona de lavado.

5 Como se ha mencionado anteriormente, otra realización
de la invención implica dos adiciones simultáneas de extrac-
tante en dos fases. Así, en la primera fase, la dispersión
de carbono en agua antes citada se resuelve en una capa de
agua clarificada y un carbono en polvo seco que flota sobre
el agua clarificada. Esto puede conseguirse agregando el ex-
10 tractante líquido a la dispersión de carbono en agua en can-
tidad exactamente suficiente para que todo el carbono se vuel-
va hidrófobo pero insuficiente para producir una dispersión
de carbono en extractante en esta fase. Como resultado de es-
ta menor cantidad de extractante, el carbono se separa rápida-
15 mente y prácticamente por completo del agua y flota en la su-
perficie de la capa de agua clarificada en forma de hollín
no aglomerado de aspecto seco.

20 El extractante líquido introducido en la zona de mez-
clado en la primera fase comprende una parte de la fracción
líquida ligera mencionada obtenida posteriormente en la zona
de destilación. Sin embargo, la fracción líquida ligera puede
ser mezclada con 0 a 25 % en peso de la corriente centrífuga-
da diluida. Además, en este momento, puede introducirse opcio-
25 nalmente en la zona mezcladora extractante suplementario lí-
quido procedente de una fuente externa.

30 La cantidad de extractante líquido a agregar puede ob-
tenerse experimentalmente mediante ensayo adecuado. Se agrega
extractante por pequeños incrementos a la dispersión de carbono
en agua hasta que el carbono se separa rápidamente y flota so-
bre la superficie del agua clarificada. Así, cuando la fase

1 acuosa es clara y el carbono es "seco" y esponjoso, la can-
tidad de extractante es óptima. La cantidad de extractante
agregada en la primera fase es alrededor de 1 a 3 veces el
índice de absorción de aceite del carbono en partículas en
5 la dispersión de carbono en agua. Esta puede oscilar aproxima-
damente entre 1,5 y 10 libras (kg) de extractante por libra
(kg) de carbono o más probablemente entre 1,5 y menos de 5.

En la segunda fase, el carbono en partículas se hace
flotar en la superficie de la capa de agua clarificada intro-
10 duciendo en el citado decantador una corriente horizontal de
extractante líquido que comprende por lo menos una parte de
dicha corriente centrifugada diluída opcionalmente en mezcla
con una parte de dicha fracción líquida ligera procedente de
la zona de destilación, en la interfase entre la capa de agua
15 clarificada y el carbono en partículas. La acción de barrido
a lo largo de la interfase también dispersa al carbono en la
fracción líquida ligera.

La ventaja principal de la adición en dos fases del ex-
tractante líquido reside en que se evita la formación de emul-
20 siones. En la primera fase, se resuelve la dispersión de car-
bono en agua y el carbono flota en la superficie del agua con
la adición de una cantidad mínima de extractante líquido. En
la segunda fase, el extractante secundario se agrega en can-
tidades mucho mayores con un mínimo de acción mezcladora con
25 el agua de forma que se evita la formación de emulsiones inclu-
so aunque haya presentes agentes emulsionantes.

La cantidad de extractante líquido que se introduce en
la segunda fase es suficiente para formar una dispersión de
30 carbono en extractante que contiene alrededor de 0,5 a 5 %
en peso de carbono. Esta cantidad puede ser alrededor de 10 ve

1 ces la cantidad de extractante utilizada en la primera fase.
El agua clarificada se retira del decantador en la forma des-
crita anteriormente.

5 Como ya se ha dicho, la dispersión de carbono en ex-
tractante que se saca por la parte superior del decantador
puede ser concentrada por separación centrífuga y dividida
en una corriente espesa de dispersión de carbono en extrac-
tante y una corriente relativamente diluída de dispersión
10 un contenido en carbono comprendido aproximadamente entre 1
y 10 % en peso y adecuadamente entre 4 y 7 % en peso. La co-
rriente diluída tiene un contenido en carbono comprendido
aproximadamente entre 0,02 y 1,0 % en peso y adecuadamente
15 entre 0,1 y 0,5 % en peso. La corriente espesa de carbono en
extractante se pasa después a la columna de destilación en
mezcla con combustible hidrocarbonado líquido pesado limpio
como se ha descrito anteriormente. Esta mezcla bombeable pue-
de contener alrededor de 0,02 a 40 y preferiblemente de 0,1
20 a 10 libras (kg) de combustible hidrocarbonado líquido pesado
limpio por libra (kg) de extractante en la corriente centri-
fugada espesa.

25 Antes de reciclar a la zona de mezcla y separación, la
corriente centrifugada relativamente diluída de carbono en ex-
tractante puede ser pasada a un separador de gas-líquido don-
de se elimina cualquier gas secundario.

La temperatura y la presión en el decantador y en la
zona de separación centrífuga son de preferencia esencialmen-
te iguales.

30 Del decantador se saca una dispersión bombeable de car-
bono en partículas en extractante conteniendo alrededor de

1 0,5 a 5 % en peso de carbono y preferiblemente alrededor de
0,5 a 3 % en peso de carbono. Pueden mezclarse alrededor de
0,02 a 40 libras y preferiblemente alrededor de 0,1 a 10 li-
5 bras (kg) de un combustible hidrocarbonado líquido pesado
limpio con cada libra (kg) de extractante en dicha disper-
sión de carbono en extractante.

La cantidad de combustible hidrocarbonado líquido
pesado limpio, como se ha descrito anteriormente, se mantiene
en un valor mínimo. Esta cantidad debe ser solamente suficien-
10 te para formar una suspensión bombeable de colas con el car-
bono en partículas de dicha dispersión de carbono en extrac-
tante en una zona de destilación fraccionada subsiguiente.
La suspensión bombeable de colas citada puede tener un con-
tenido en carbono de alrededor de 0,5 a 25 % en peso y pre-
15 feriblemente de 4 a 8 % en peso.

Opcionalmente, puede introducirse en el sistema alre-
dedor de 0 a 0,25 libras (kg) de extractante líquido comple-
20 mentario y mezclarse con cada libra (kg) de dispersión de
carbono en extractante más combustible hidrocarbonado líqui-
do pesado. La mezcla de fluidos es preferiblemente preca-
lentada a una temperatura comprendida aproximadamente entre
200 y 600°F (93 y 316°C) e introducida en una columna de des-
tilación fraccionada. Por la parte superior de la torre de
25 destilación se saca una fracción de extractante líquido li-
gero con un punto de ebullición atmosférico comprendido
aproximadamente entre 100 y 700°F (38 y 371°C), por ejemplo
entre unos 150 y 600°F (66 y 316°C).

Una presión adecuada en la torre de destilación pue-
de estar comprendida aproximadamente entre 14,7 y 100 psig
30 (1 y 6,8 atmósferas). Normalmente, las condiciones de tempe-

1 ratura y presión en dicha columna de destilación son tales
que prácticamente no tiene lugar fraccionamiento alguno del
combustible hidrocarbonado líquido pesado limpio. En este
caso, la fracción ligera de cabezas de la columna de destila-
5 ción está constituida esencialmente por dicho combustible
hidrocarbonado líquido ligero o dicha mezcla de subproductos
orgánicos líquidos del proceso Oxo u Oxilo que entonces com-
prende exclusivamente el extractante orgánico líquido. Sin
embargo, en otras realizaciones, la columna de destilación
10 puede ser operada de forma que la fracción de cabezas contenga
de 0,1 a 25 % en peso de combustible hidrocarbonado líquido
ligero, siendo el resto una mezcla de subproductos orgánicos
líquidos del proceso Oxo u Oxilo. El combustible hidro-
carbonado líquido ligero está constituido por combustibles
15 hidrocarbonados líquidos con densidades de 20° API y mayores,
por ejemplo butanos, pentanos, hexanos, benzol, toluol, gaso-
lina natural, gasolina, nafta, gas-oil, sus mezclas y simi-
lares. Alternativamente, la fracción líquida ligera que es
reciclada a dicha zona de mezcla como extractante orgánico
20 líquido previamente descrito puede tener la composición in-
dicada en las Tablas I y II.

La fracción orgánica líquida ligera se saca de la co-
luna de destilación fraccionada convencional o torre de frac-
25 cionamiento, se enfría, se licúa y se recicla a dicha zona
de mezcla, decantador o ambos en forma de dicha fracción lí-
quida ligera extractante, como se ha descrito previamente.

La torre de destilación o fraccionamiento opera bajo
condiciones adecuadas para separar el carbono de dicha co-
rriente centrifugada espesa y producir la fracción líquida
30 ligera extractante esencialmente exenta de carbono. También

1 se produce una suspensión bombeable residual que comprende
el carbono en partículas y las porciones no vaporizadas de
dicho combustible hidrocarbonado líquido pesado y dicho ex-
tractante. Esta suspensión residual contiene alrededor de 0,5
5 a 25 % en peso de carbono y se saca del fondo de la columna
de destilación. Puede pasarse en intercambio de calor indi-
recto con la alimentación entrante y después introducirse en
dicho generador de gas de síntesis por oxidación parcial como
10 por lo menos una parte de la alimentación. Las mezclas com-
bustibles que comprenden alrededor de 1 a 99 % en peso y pre-
feriblemente alrededor de 5 a 50 % en peso de dicha mezcla
de subproductos orgánicos líquidos procedentes del proceso
Oxo u Oxilo y el resto constituido por la suspensión de colas
15 procedente de la columna de destilación son las preferidas
para su introducción en el generador de gas de síntesis como
alimentación. Pueden ser introducidas en el generador de gas
en fase líquida o fase de vapor y pueden estar mezcladas con
agua. Alternativamente, dicha mezcla combustible puede ser
20 quemada en un horno, por ejemplo para producir vapor de agua.

Aunque el procedimiento de la invención es especialmen-
te adecuado para separar prácticamente la totalidad del car-
bono en partículas disperso de una dispersión de carbono en
agua producida por lavado con agua de la corriente gaseosa
efluente del proceso de oxidación parcial, puede ser análoga-
25 mente utilizado en otros muchos procesos de gasificación de
hidrocarburos.

Puede adquirirse una comprensión más completa de la
invención mediante los siguientes dibujos esquemáticos que
acompañan a esta memoria que, en la Figura 1, muestra el pro-
30 cedimiento anteriormente descrito con detalle. Las cantidades

1 han sido asignadas a las diversas corrientes sobre una base horaria de forma que la siguiente descripción del Ejemplo 1 también puede servir como ejemplo de esta invención.

EJEMPLO 1

5 En esta realización del procedimiento continuo, el decantador opera en una sola fase. Además, el extractante utilizado para resolver la dispersión de carbono en agua es un combustible hidrocarbonado líquido ligero. Refiriéndonos a la Figura 1 del dibujo, sobre una base horaria, se pasan por el
10 conducto 1 alrededor de 14.400 libras (6538 kg) de una dispersión de carbono en partículas en agua, a una temperatura de unos 250°F (121°C) y conteniendo alrededor de 144 libras (65 kg) de carbono en partículas procedente de la zona de lavado de gas de un proceso para la fabricación de gas de síntesis por oxidación parcial de un combustible hidrocarbonado
15 que será descrito más adelante, para introducirla en la válvula mezcladora 2 donde dicha dispersión de carbono en agua se mezcla con unas 10.727 libras (4870 kg) de un extractante combustible hidrocarbonado líquido ligero procedente del conducto 3. El extractante líquido del conducto 3 comprende
20 2880 libras (1307 kg) de fracción combustible hidrocarbonada ligera procedente de los conductos 4 y 5, que es producida posteriormente en el proceso en la columna de destilación fraccionada 6, que será descrita más adelante, en mezcla con
25 7847 libras (3572 kg) de una corriente centrifugada diluida que es bombeada por la bomba 7 desde el tanque de almacenamiento 8 por los conductos 9 y 10. En este ejemplo, el combustible hidrocarbonado líquido ligero es nafta ASTM D288. La
30 corriente centrifugada diluida comprende una dispersión de carbono en dicho extractante combustible hidrocarbonado líqui-

1 do ligero que contiene carbono en partículas y será descrita
más adelante.

5 La mezcla de extractante combustible hidrocarbonado lí-
quido ligero y carbono en agua pasa por el conducto 14 al de-
cantador 15. Se consigue un volumen relativamente quieto en
la zona de sedimentación a una presión de unas 25 atmósferas.
Por la acción de la gravedad se sedimenta agua esencialmente
transparente, que prácticamente no contiene disuelto ningún
10 constituyente soluble en agua procedente de dicho extractante
de fracción combustible hidrocarbonada líquida ligera, cayen-
do al fondo del decantador 15 y siendo retirada por el conduc-
to 16. Si es necesario, el agua del conducto 16 puede ser pu-
rificada por métodos convencionales y después reciclada a la
15 zona de enfriamiento y lavado del gas. Una parte puede ser
descargada del sistema y sustituida por agua limpia. Cerca
de la parte superior del decantador 15, a través del conducto
17, se sacan 10.727 libras (4870 kg) de dicho extractante com-
bustible hidrocarbonado líquido ligero en una dispersión de
20 no menos de 144 libras (65 kg) de carbono en partículas jun-
to con cualquier agua arrastrada y se introducen en un sepa-
rador 18 del tipo de centrífuga de disco. La velocidad de
centrifugación corresponde a unas 9.500 revoluciones por
minuto.

25 De la centrífuga 18 se sacan alrededor de 7.847 li-
bras (3562 kg) de una corriente centrifugada diluida de di-
cho extractante combustible hidrocarbonado líquido ligero con-
teniendo carbono en partículas, a través del conducto 19 y
se introduce en el tanque de almacenamiento 8. El gas resi-
30 dual se descarga a una antorcha por el conducto 20. Opcional-
mente, puede introducirse combustible hidrocarbonado líquido

1 ligero complementario procedente de una fuente externa, metiéndolo en el sistema por el conducto 21, la válvula 22 y el conducto 23.

5 De la centrífuga 18, a través del conducto 24, se sacan alrededor de 3024 libras (1373 kg) de una corriente centrifugada espesa de carbono en partículas en extractante, que contiene alrededor de 144 libras (65 kg) de carbono en partículas. La corriente centrifugada espesa se mezcla en el conducto 25 con unas 8172 libras (3710 kg) de una alimentación
10 de combustible hidrocarbonado líquido pesado limpio procedente del conducto 26. El combustible hidrocarbonado pesado es un fuel-oil pesado con las siguientes características: °API 1916, poder calorífico bruto, 17.814 BTU/libra (9.896 Kcal/kg) y análisis final, % en peso: C, 81,2; H, 11,4; N, 0,5; S, 3,3;
15 0, 3,5 y cenizas, 0,2. La mezcla del conducto 25 se introduce en la torre de destilación fraccionada 6.

Las condiciones de operación de la columna de destilación 6 en este ejemplo son tales que prácticamente nada del combustible hidrocarbonado líquido pesado en la mezcla del
20 conducto 25 se retira como parte de la fracción hidrocarbonada ligera que sale de la columna por el conducto 27. En otras palabras, prácticamente la totalidad de dicha alimentación de combustible hidrocarbonado líquido pesado sale del fondo
25 de la columna por el conducto 28 como suspensión bombeable de carbono que contiene 144 libras (65 kg) de carbono en partículas. La presión en la columna de destilación es alrededor de 15 psia (1 atmósfera).

El extractante combustible hidrocarbonado líquido ligero de la corriente centrifugada diluida cargada a la columna
30 de destilación 6 es vaporizado y se pasan 3606 libras (1637 kg)

1 como cabezas, en forma de corriente exenta de carbono, por el
conducto 27. Esta corriente se enfría después y se condensa
en el cambiador de calor 29. La corriente se pasa por el con-
ducto 30 al separador 31 de líquido-líquido. Cualquier agua
5 posible se saca por el conducto 32. El extractante combustible
hidrocarbonado líquido ligero se bombea mediante la bomba 33
a través del conducto 34 hasta el conducto 35. Alrededor de
2880 libras (1307 kg) del extractante combustible hidrocarbo-
nado líquido ligero pasan por los conductos 35, 4, 5 y 3 a la
10 zona de mezcla 2, como se ha descrito anteriormente, como par-
te de dicho extractante líquido de una sola fase. El resto de la
corriente líquida del conducto 35, es decir 726 libras (330
kg) es reciclado por el conducto 36 a la columna de fraccio-
namiento 6. La relación de reflujo para la columna de destila-
15 ción 6 puede oscilar entre 0,05 y 0,5 libras (kg) de reflujo
en el conducto 36 por libra (kg) de extractante en la alimen-
tación a la columna en el conducto 25.

Por el conducto 40 se saca de la columna 6 una corrien-
te secundaria y se pasa por el rehervidor 41 donde se eleva
20 la temperatura hasta el valor deseado para vaporizar la frac-
ción de cabezas y se recicla a la columna 6 por el conducto 42.

La suspensión de colas de carbono en aceite en el con-
ducto 28, que comprende 8172 libras (3710 kg) de fuel-oil hi-
drocarbonado líquido pesado y 144 libras (65 kg) de carbono
25 en partículas, se bombea mediante la bomba 43 a la zona de
reacción de un generador de gas de síntesis (no mostrado) co-
mo parte del combustible. Así, la suspensión de colas puede
ser bombeada por el conducto 44-46, válvula 47 y conducto 48
30 al generador de gas de síntesis (no mostrado).

1 Ventajosamente, una parte de la mezcla limpia de sub-
productos orgánicos líquidos de un proceso Oxo u Oxilo en el
conducto 53, que será descrita más adelante, se pasa por la
válvula 54 y el conducto 55 hasta el conducto 45 donde se
5 mezcla con dicha suspensión de carbono en aceite procedente
del conducto 44. Esta mezcla combustible líquida mejorada se
pasa después por los conductos 46 y 48 a dicho generador de
gas de síntesis constituyendo por lo menos parte de la ali-
mentación. Opcionalmente, una parte de la mezcla de fluidos
10 en el conducto 45 puede ser introducida en un horno (no mos-
trado) como combustible, a través del conducto 56, válvula
57 y conducto 58.

 Así, en este procedimiento, se mezclan alrededor de
15 1794 libras (814 kg) de subproductos orgánicos líquidos pro-
cedentes de un proceso Oxo para la producción de n-butiralde-
hído, procedentes del conducto 53, en el conducto 45, con
8.316 libras (3775 kg) de suspensión de carbono en fuel-oil
pesado procedente del conducto 44. Esta mezcla se introduce
20 después en el generador de gas de síntesis como combustible
hidrocarbonado y se hace reaccionar con 10.183 libras (4623
kg) de oxígeno (99,5 moles por ciento de O_2) y 4395 libras
(1995 kg) de vapor de agua.

 Se producen alrededor de 497.000 pies³ standard
25 (14.060 m³) (en seco) de gas de síntesis en un generador de
gas no catalítico de paso libre, a una temperatura de unos
2400°F (1316°C) y una presión de unas 37 atmósferas por oxi-
dación parcial de dicho combustible hidrocarbonado de alimen-
tación. La composición del gas de síntesis en moles por cien-
30 to es la siguiente: CO, 41,00; H₂, 42,22; CO₂, 4,39; H₂O, 11,26

1 CH₄, 0,21; A, 0,11; N₂, 0,12; H₂S, 0,66 y COS, 0,03. Después
de la purificación, como se ha descrito previamente, la mez-
cla de H₂ y CO se comprime e introduce en dicho proceso Oxo
para la producción de n-butiraldehido.

5 EJEMPLO 2

En esta realización de la invención, el extractante
orgánico líquido comprende una mezcla de subproductos orgá-
nicos líquidos de un proceso Oxo u Oxilo. Además, el extrac-
tante orgánico líquido se introduce en una sola fase. La com-
10 posición del extractante orgánico líquido está indicada en
la Tabla III y el análisis final está indicado en la Tabla
IV, habiéndose separado prácticamente la totalidad de los
compuestos solubles en agua. El gas de síntesis producido
15 tiene la siguiente composición en porcentaje en moles: CO,
41,00; H₂, 42,22; CO₂, 4,39; H₂O, 11,26; CH₄, 0,21; A, 0,11;
N₂, 0,12; H₂S, 0,66 y COS, 0,03. Después de purificar como
se ha descrito anteriormente para separar los gases ácidos
y el carbono en partículas, el gas de síntesis es comprimido
e introducido en un proceso Oxo (no mostrado), por ejemplo,
20 para producir n-butiraldehido por hidroformilación de propi-
leno en presencia de catalizador de cobalto, a una temperatu-
ra comprendida entre unos 130 y 175^oC y a una presión de unas
200 atmósferas.

25 Con referencia a la Figura 2 de los dibujos, sobre una
base horaria se pasan por el conducto 1 unas 14.400 libras
(6538 kg) de una dispersión de carbono en partículas en agua
a una temperatura de unos 250^oF (121^oC), conteniendo alrede-
dor de 144 libras (65 kg) de carbono en partículas proceden-
30 te de la zona de lavado de gas anteriormente descrita del
proceso de fabricación de gas de síntesis por oxidación par-

1 cial de un combustible hidrocarbonado como se ha descrito en
el Ejemplo 1 hasta una válvula mezcladora 2 donde se mezclan
con 10.727 libras (4870 kg) de dicho extractante orgánico lí-
quido procedente del conducto 3. Con las válvulas 74 y 77 ce-
5 rradas y las válvulas 71 y 69 abiertas, dicho extractante orgá-
nico líquido del conducto 14 comprende 7.847 libras (3562 kg)
de corriente centrifugada diluída procedente del tanque de
almacenamiento 8, conducto 9, bomba 7 y conductos 10, 70, 72
y 68 en mezcla con 2880 libras (1307 kg) de la fracción de
10 cabezas ligera de la columna de destilación 6 que comprende
una mezcla de subproductos orgánicos líquidos de dicho proce-
so Oxo que es suministrada por los conductos 4, 67 y 68.

La mezcla de extractante y carbono en agua se pasa por
el conducto 14 a la zona de separación de fases, es decir, al
15 decantador 15. En la zona de sedimentación se proporciona un
volumen relativamente quieto, a una presión de unas 25 atmós-
feras. Por la acción de la gravedad, se sedimenta en el fondo
del decantador 15 un agua esencialmente transparente que con-
tiene disuelto cualquier constituyente soluble en agua de di-
20 cho extractante orgánico líquido, que se retira por el con-
ducto 16. Preferiblemente, el agua del conducto 16 puede ser
purificada por medios convencionales para separar del extrac-
tante cualquier constituyente disuelto de los solubles en agua
y después se recicla a la zona de enfriamiento y lavado de gas
25 de síntesis. Una parte de este agua puede ser descargada del
sistema y sustituída por agua limpia. De esta forma pueden
retirarse del decantador, a través del conducto 17, 10.727 li-
bras (4870 kg) de extractante que contiene por lo menos 144
30 libras (65 kg) de hollín. Esta corriente se carga en una cen-
trífuga 18 convencional. La velocidad de centrifugación co-

1 rresponde a unas 9500 revoluciones por minuto.

Alrededor de 7817 libras (3562 kg) de dicho extractante orgánico líquido en la corriente centrifugada diluida se sacan de la centrifuga 18 por el conducto 19 y se introducen en el tanque de almacenamiento 8. El gas secundario se descarga del sistema por el conducto 20 hasta la antorcha. La dispersión de carbono en partículas y extractante se saca por el conducto 9 y se bombea mediante la bomba 7 en el mezclador 2 como parte de dicho extractante orgánico líquido, como se ha descrito anteriormente.

De la centrifuga 18 se saca por el conducto 24 una corriente de suspensión centrifugada espesa que comprende alrededor de 144 libras (65 kg) de carbono en partículas y alrededor de 2880 libras (1307 kg) de dicho extractante orgánico líquido. Esta corriente de suspensión puede ser mezclada con una mezcla limpia de subproductos orgánicos líquidos de dicho proceso Oxo como se ha descrito previamente, que se introduce en el sistema por los conductos 60, 64, válvula 65 y conducto 66. Esta mezcla se combina después en el conducto 25 con 8172 libras (3710 kg) de material de alimentación combustible hidrocarbonado líquido limpio, v.g. fuel-oil pesado como se ha descrito anteriormente, que se introduce en el sistema por el conducto 26 y después se pasa a la columna de destilación 6.

Las condiciones de operación de la columna de destilación 6 en este ejemplo son tales que prácticamente nada de la alimentación de combustible hidrocarbonado líquido pesado del conducto 26 que se carga en la columna como parte de la alimentación es sacada como porción de la fracción ligera de cabezas. Por lo tanto, prácticamente la totalidad de dicho

1 combustible hidrocarbonado líquido pesado sale por el fondo
de la columna 6 como suspensión bombeable de carbono, a tra-
vés del conducto 28, conteniendo 144 libras (65 kg) de car-
bono y prácticamente nada de residuo no vaporizado de dicha
5 mezcla de subproductos orgánicos líquidos del proceso Oxo.
La presión en la columna de destilación es alrededor de 1 at-
mósfera.

Alrededor de 3606 libras (1637 kg) de extractante orgá-
nico líquido en la columna de destilación 6 son vaporizadas y
10 pasadas a las cabezas como corriente de vapor exenta de car-
bono por el conducto 27. Esta corriente se desvía después y
se condensa en el cambiador de calor 29 y se pasa por el con-
ducto 30 al separador 31 de líquido-líquido. Cualquier agua
que pueda haber sido arrastrada al conducto 32 y el extractan-
15 te orgánico líquido se bombean mediante la bomba 33 al conduc-
to 35. Se pasan alrededor de 2880 libras (1307 kg) del extrac-
tante orgánico líquido a través de los conductos 4, 67, 68
y 3 a la válvula mezcladora 2 como se ha descrito previamente.
El resto de la corriente líquida del conducto 35 se recicla
20 por el conducto 36 a la columna de fraccionamiento 6. La re-
lación de reflujo para la columna de destilación 6 puede osci-
lar, por ejemplo, entre 0,05 y 0,5 partes en peso de reflu-
jo por parte en peso de alimentación de la columna.

De la columna 6 se saca una corriente secundaria a tra-
25 vés del conducto 40 y se pasa por el rehervidor 41 donde la
temperatura se eleva hasta el valor deseado para vaporizar
la fracción de cabezas y después se recicla a la columna 6
por el conducto 42.

Alrededor de 8316 libras (3775 kg) de la suspensión
30 de colas de carbono en aceite del conducto 28, conteniendo

1 alrededor de 144 libras (65 kg) de carbono, pueden ser bom-
beadas mediante la bomba 43 a la zona de reacción de dicho
generador de gas de síntesis formando por lo menos una parte
de la alimentación.

5 Opcionalmente, una parte de la mezcla de fluidos del
conducto 45 puede ser introducida en un horno (no mostrado)
como combustible, a través del conducto 56, válvula 57 y con-
ducto 58.

EJEMPLO 3

10 En esta realización de la invención, el decantador 15
se hace funcionar en dos fases para mejorar su comportamiento.
Aparte de esta variación, el resto del proceso es esencialmen-
te igual al descrito anteriormente en el Ejemplo 2.

15 Haciendo referencia a la Figura 2 del dibujo, sobre
una base horaria, en la primera fase de la operación del de-
cantador en dos fases con la válvula 71 cerrada y las válvu-
las 69, 77 y 74 abiertas, se introducen en la válvula mez-
cladora 2, a través de los conductos 4, 67, 68 y 3, unas 432
libras (196 kg) de la mezcla de subproductos orgánicos líqui-
20 dos exentos de carbono procedente de dicho proceso Oxo obteni-
da como parte de la fracción de cabezas de la columna de des-
tilación 6, junto con 14.400 libras (6538 kg) de dispersión
de carbono en agua conteniendo 144 libras (65 kg) de carbo-
no en partículas procedente del conducto 1. Esta cantidad de
25 extractante líquido es suficiente para que el carbono en par-
tículas se vuelva hidrófobo y liberar carbono en polvo esen-
cialmente seco. En la segunda fase de la operación continua
del decantador, se introducen simultáneamente en el mismo,
cerca de la interfase carbono/agua, alrededor de 10.295 li-
30 bras (4674 kg) de una dispersión de carbono en extractante

1 procedente del conducto 75 para hacer flotar las partículas
de carbono y formar la dispersión de carbono en extractante
orgánico líquido que es retirada por el conducto 17. El ex-
tractante líquido del conducto 75 comprende 2880 libras
5 (1307 kg) de dicha mezcla de subproductos orgánicos líquidos
procedente del proceso Oxo, obtenida de la columna de destila-
ción 6, por los conductos 4, 76, válvula 77, conducto 78 y 73
y válvula 74 y alrededor de 7847 libras (3562 kg) de la co-
rriente centrifugada diluída que contiene carbono, proceden-
10 te del conducto 9, bomba 7, conductos 10 y 73 y válvula 74.
Opcionalmente, pueden introducirse en la primera fase, en la
segunda fase o en ambas, formando por lo menos una parte de
dicho extractante orgánico líquido, o bien la corriente cen-
trifugada diluída 10 o bien la fracción líquida ligera del
15 conducto 4 procedente de la columna de destilación 6, con o
sin mezcla con la otra corriente.

Evidentemente, pueden introducirse diversas modifica-
ciones de la invención tal como ha sido aquí descrita sin apar-
tarse del espíritu y alcance de la misma, y, por lo tanto, so-
20 lamente son válidas las limitaciones indicadas en las reivin-
dicaciones del apéndice.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita de-
berá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

- 25 1. Un procedimiento para la producción de mezclas ga-
seosas que comprenden H_2 y CO , cuyo procedimiento consiste en:
(1) oxidar parcialmente un combustible hidrocarbonado
con un gas que contiene oxígeno libre en un generador de gas
de síntesis no catalítico, de paso libre, a una temperatura
30 comprendida aproximadamente entre 1300 y 3500°F (704 y 1926°C)

1 y a una presión comprendida entre 1 y 300 atmósferas aproximadamente, en presencia de un moderador de temperatura, para producir una corriente gaseosa efluente que comprende H_2 , CO, CO_2 , H_2O y carbono en partículas arrastrado;

5 (2) enfriar y lavar dicha corriente gaseosa efluente produciendo así una dispersión de carbono en agua y

(3) separar las impurezas gaseosas de la corriente gaseosa que sale de (2), produciendo así una corriente gaseosa de producto que comprende H_2 y CO, caracterizado porque:

10 (4) dicha dispersión de carbono en agua se pone en contacto en una zona mezcladora con un extractante orgánico líquido, en cantidad suficiente para hacer hidrófobas a todas las partículas de carbono de dicha dispersión de carbono en agua y resolver la dispersión de carbono en agua y se separa en una zona de separación una corriente de agua clarificada y una corriente distinta de dispersión de carbono en extractante;

15 (5) se centrifuga dicha dispersión de carbono en extractante para formar una corriente centrifugada espesa de dispersión de carbono en extractante con un contenido en carbono comprendido aproximadamente entre 1 y 10 % en peso y una corriente centrifugada diluida de dispersión de carbono en extractante con un contenido en carbono comprendido aproximadamente entre 0,05 y 1,0 % en peso y se introduce en una zona de destilación fraccionada dicha corriente espesa, en mezcla con combustible hidrocarbonado líquido pesado limpio;

25 (6) se separan independientemente una fracción líquida ligera y una suspensión bombeable de carbono de dicha zona de destilación y la corriente centrifugada diluida obtenida en la etapa (5) o la fracción líquida ligera obtenida en la etapa (6) o ambas son recicladas a la zona de mezclado en la etapa

1 (4) como totalidad o como parte del extractante orgánico líquido.

5 2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque el agua clarificada de la etapa (4) es reciclada para enfriar y lavar la corriente gaseosa de la etapa (2).

10 3. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque por lo menos una parte de la suspensión de carbono procedente de la etapa (6) se introduce en el generador de gas de síntesis en la etapa (1) formando por lo menos parte del combustible hidrocarbonado.

15 4. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la totalidad del extractante orgánico líquido es introducido en la zona de mezclado en la etapa (4) en una sola fase.

20 5. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el extractante orgánico líquido es introducido en la zona de mezclado en la etapa (4) en dos fases, que comprenden una primera fase en la que la dispersión de carbono en agua se mezcla con extractante orgánico líquido suficiente para hacer hidrófobas a todas las partículas de carbono y liberar carbono en polvo seco de dicha dispersión de carbono en agua para que flote sobre la superficie de la capa clarificada de agua y una segunda fase en la que se introduce una corriente de extractante orgánico líquido junto a la superficie del agua para separar por flotación dicho carbono de la superficie del agua clarificada y una dispersión de carbono en extractante que contiene alrededor de 0,5 a 5 % en peso de carbono.

25

30

1 6. Un procedimiento según la Reivindicación 5, ca-
racterizado porque el extractante orgánico líquido de la pri-
mera fase comprende la fracción líquida ligera en mezcla con
alrededor de 0 a 25 % en peso de la corriente centrifugada
5 diluída y el extractante orgánico líquido de la segunda fase
comprende por lo menos una parte de la corriente centrifuga-
da diluída, sola o en mezcla con una parte de la fracción
líquida ligera.

10 7. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 6,
caracterizado por expandir y hacer descender la presión del
agua clarificada de la etapa (4), evaporar instantáneamente
la fracción gaseosa ligera, dejando una corriente de agua
esencialmente transparente que se emplea para lavar la co-
rriente gaseosa efluente de la etapa (2), enfriar la fracción
15 gaseosa ligera y separar de la misma los gases ligeros no
condensados, el agua y parcialmente los hidrocarburos líqui-
dos solubles en agua.

20 8. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a
7, caracterizado por mezclar extractante líquido ligero su-
plementario con el extractante orgánico líquido en la etapa
(4).

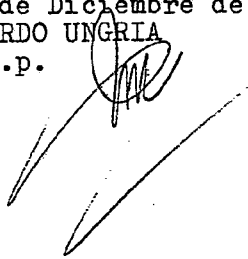
25 9. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a
8, caracterizado porque el producto gaseoso de la etapa (3)
se introduce en un proceso Oxo u Oxilo para la producción
catalítica de aldehidos o alcoholes, se separa del mismo una
mezcla de subproductos orgánicos líquidos y una parte de la
misma se utiliza en la etapa (4) como extractante orgánico
líquido.

30 10. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por:

1 UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE MEZCLAS GASEOSAS
QUE COMPRENDEN H₂ y CO.

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva que consta de cuarenta y
ocho páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 22 de Diciembre de 1975
BERNARDO UNGRIA
p.p.



10

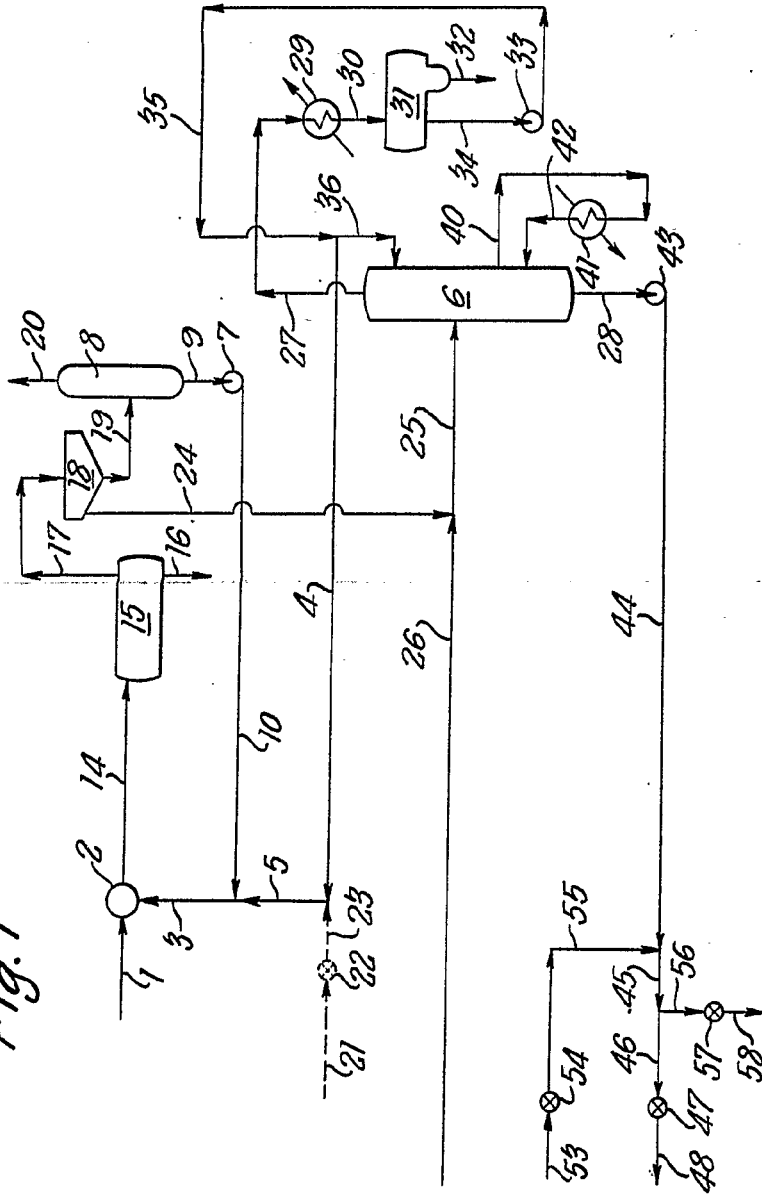
15

20

25

30

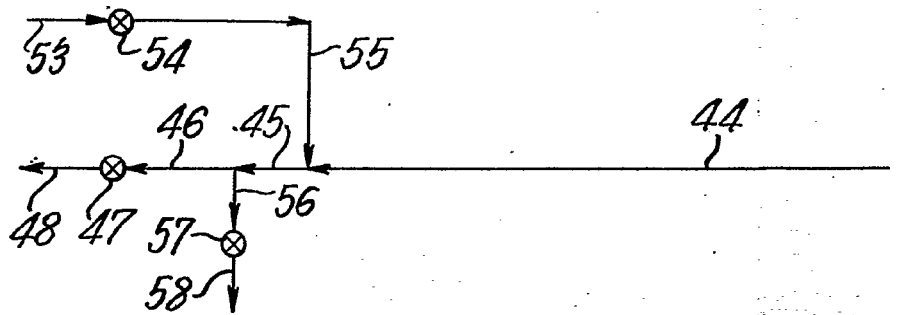
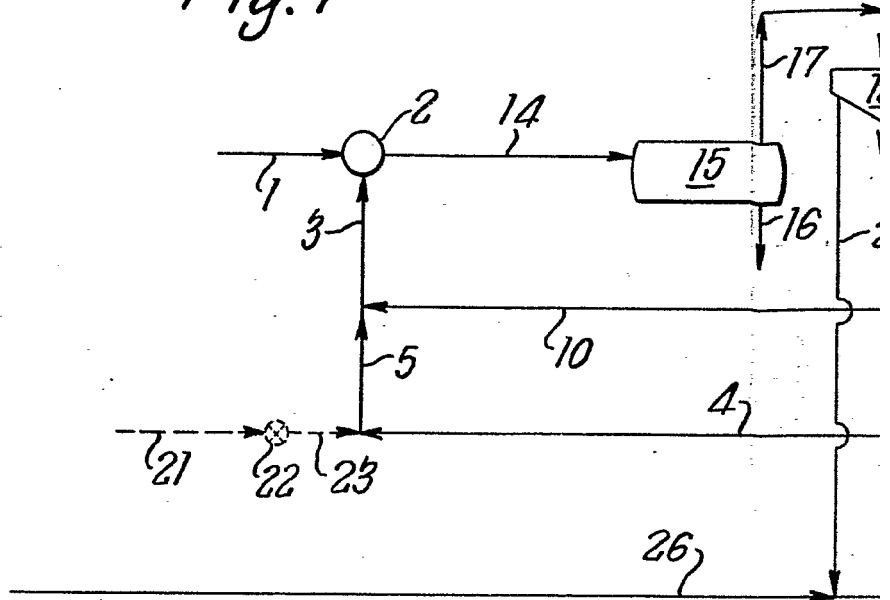
Fig. 1

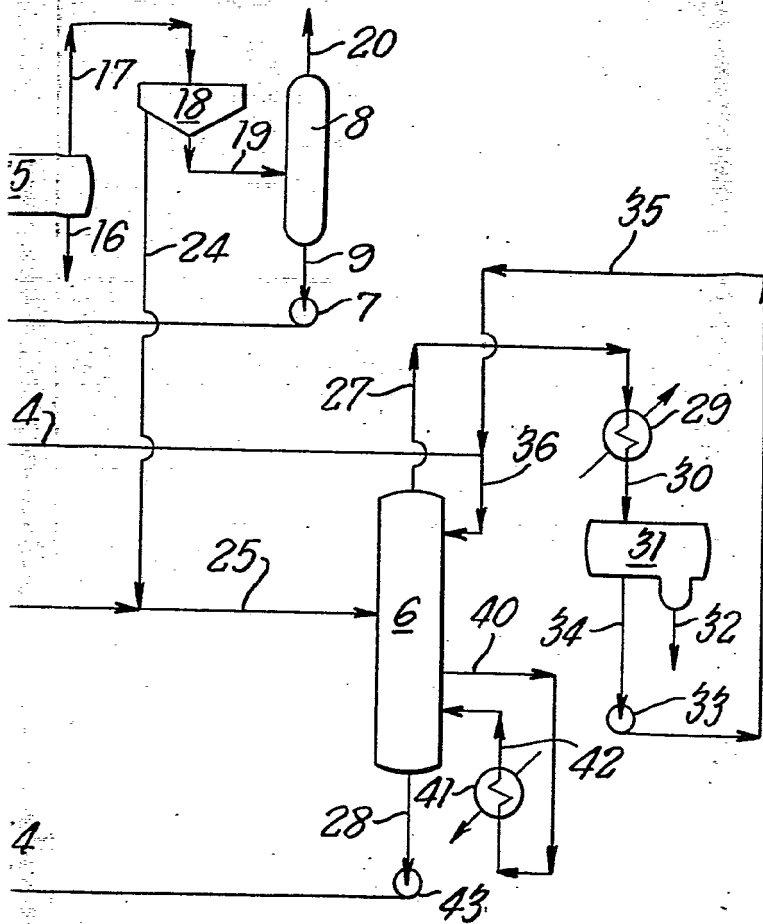


ESCALA VARIABLE
 Madrid, 22 Diciembre de 1975
 BERNARDO UNGRIA
 P.P.

POOR
 QUALITY

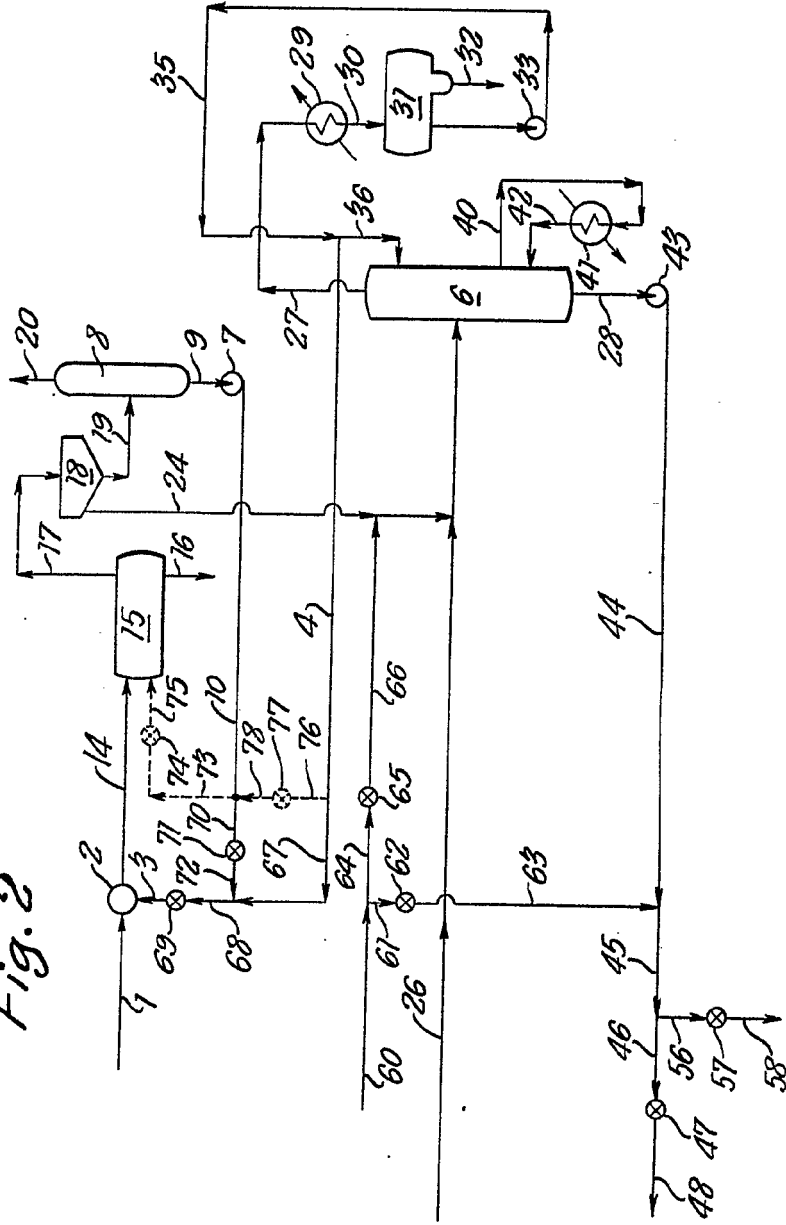
Fig. 1





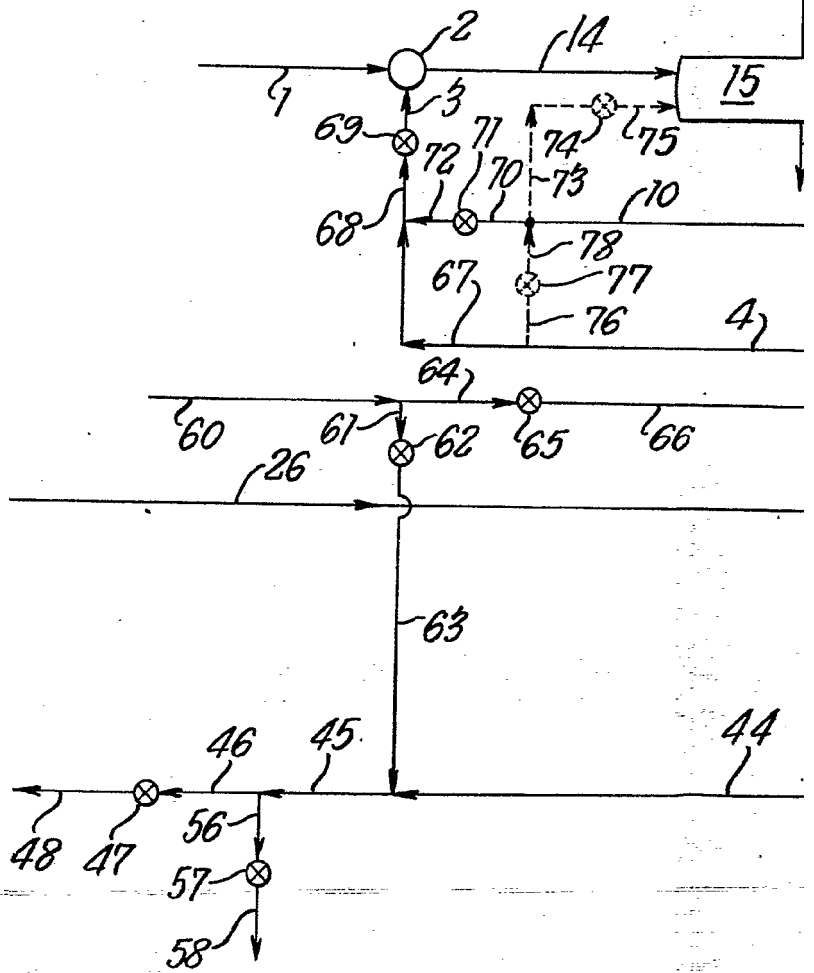
ESCALA VARIABLE
Madrid, 22 Diciembre de 1975
BERNARDO UNGRIA
P.p.

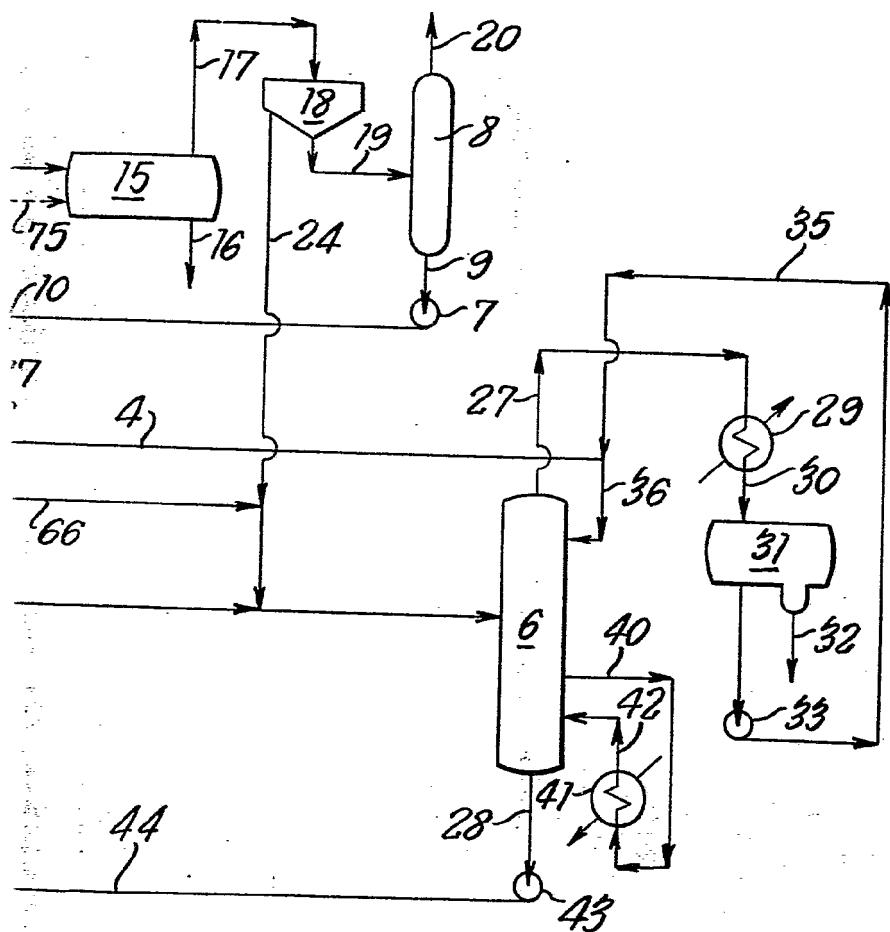
Fig. 2



ESCALA VARIABLE
Madrid, 22 Diciembre de 1975
BERNARDO UNGRÍA
P.P.

Fig. 2





ESCALA VARIABLE
Madrid, 22 Diciembre de 1975
BERNARDO UNGRÍA
P.P.