

443.886

26 DIC. 1975

P.- 61.966

BD-9546-SP
MINIMIZING
AGGLOMERATION OF
COAL"

Int. Cl.: C10L

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de UNION CARBIDE CORPORATION

entidad norteamericana

establecida en 270 Park Avenue, Nueva York, Nueva York,
10017, Estados Unidos de América

por: "UN METODO DE ACONDICIONAR PREVIAMENTE PARTICULAS
DE CARBON PARA EVITAR SUSTANCIALMENTE LA AGLOMERA
CION DE DICHAS PARTICULAS"

15.12.75

- 1 -

Campo del invento

Este invento se refiere a un procedimiento continuo mejorado para gasificar, hidrocarbonizar o hidrogasificar carbones que se aglomeran. Más particularmente, este invento se refiere a un método para acondicionar previamente, mediante tratamiento por calor y oxidación controlada, partículas de carbón que se aglomeran en un flujo de fase densa en tales procedimientos continuos, para evitar sustancialmente la aglomeración de una zona de reacción de lecho fluido.

Descripción de la técnica anterior

Las crecientes necesidades de energía han enfocado la atención en combustibles fósiles sólidos debido a su disponibilidad en los Estados Unidos en un suministro relativamente abundante y su valor potencial si se les convierte en formas más útiles de energía y de materia prima de alimentación. Son bien conocidos procedimientos tales como carbonización, gasificación, hidrocarbonización e hidrogasificación, en los que han sido preparados productos combustibles sintéticos introduciendo una corriente fluidificada de partículas de carbón finamente divididas en una zona de reacción de lecho fluido y haciendo reaccionar las partículas de carbón a temperaturas elevadas en presencia de gases inertes, aire, vapor de agua, hidrógeno o similares. Una dificultad de trabajo principal

en tales procedimientos ha sido la tendencia de las partículas de carbón, especialmente intensificada en una atmósfera rica en hidrógeno, a aglomerarse a las elevadas temperaturas que se requieren para la reacción.

5

Las partículas de carbón, especialmente de carbones que se apelmazan, hinchán o aglomeran, se vuelven pegajosas cuando son calentadas en una atmósfera rica en hidrógeno. Incluso carbones que no se apelmazan, no se hinchán y no se aglomeran se vuelven pegajosos cuando son calentados en dicha atmósfera. Las partículas de carbón comienzan a volverse pegajosas a temperaturas en el margen de aproximadamente 350°C hasta aproximadamente 500°C, dependiendo de las propiedades específicas del carbón, de la atmósfera y de la velocidad de calentamiento. La pegajosidad resulta debida a un material alquitranoso o de tipo plástico que se forma en o cerca de la superficie de cada partícula de carbón, por un proceso de fusión o descomposición parcial. Al calentar adicionalmente durante un cierto período de tiempo, el material alquitranoso o de tipo plástico es transformado adicionalmente en un material sólido, sustancialmente poroso, denominado "escoria de carbón". La duración de este período de tiempo, que es generalmente del orden de unos minutos, depende de

10

15

20

25

15.12.75

la temperatura real de calentamiento y se hace más corto al aumentar la temperatura. Por "transformación plástica", tal como se utiliza en toda la memoria descriptiva, se entiende el procedimiento antes descrito en que superficies de partículas de carbón que son calentadas, particularmente cuando son calentadas en una atmósfera de hidrógeno, desarrollan pegajosidad y se transforman en superficies no pegajosas, de escoria de carbón sustancialmente sólida. Se experimenta "transformación plástica" tanto por parte de carbones que normalmente se aglomeran como por parte de carbones que pueden desarrollar una superficie pegajosa sólo en una atmósfera rica en hidrógeno.

Carbones que se aglomeran o apelmazan se reblandecen parcialmente y se vuelven pegajosos cuando son calentados a temperaturas entre aproximadamente 350°C y aproximadamente 500°C en un período de unos minutos. Componentes de las partículas de carbón se reblandecen, y se desprende gas debido a la descomposición. Partículas de carbón pegajosas, que experimentan transformación plástica, tienden a adherirse a la mayor parte de las superficies cuando entran en contacto, por ejemplo, con paredes u obstáculos de desviación en el reactor, particularmente paredes u obstáculos de desviación relativamente fríos. Además, el contacto con otras

5

partículas pegajosas, mientras que experimentan transformación plástica, da como resultado un crecimiento de partículas gruesas por adherencia de partículas pegajosas entre sí. La formación y el crecimiento de estos aglomerados interfiere drásticamente con el mantenimiento de un lecho fluido y cualquier crecimiento sustancial hace usualmente imposible mantener la fluidificación.

10

15

20

En particular, las lumbreras de entrada y las placas de distribución de gases de equipos utilizados en procedimientos de conversión de carbón en lecho fluido resultan obstruidas o parcialmente obstruidas. Además de ello, incluso si no es extensa la obstrucción, las partículas pegajosas tienden a adherirse a las paredes del recipiente en donde se realiza la operación. El crecimiento continuado de partículas gruesas y la formación de conglomerados y puentes de múltiples partículas interfiere con un funcionamiento fácil y frecuentemente da como resultado una completa detención del funcionamiento.

25

15.12.75

La aglomeración de partículas de carbón al calentar depende de condiciones de trabajo tales como la velocidad de calentamiento, la temperatura final alcanzada, la composición del gas ambiente, el tipo de carbón, el tamaño de partículas y la presión total. Cuando

son calentados en una atmósfera de hidrógeno, incluso
carbones que no se aglomeran, tales como lignitos o
carbones procedentes de ciertas vetas sub-bituminosas,
son susceptibles de aglomeración y tienden a volverse
pegajosos en una atmósfera de hidrógeno. Por lo tanto,
la aglomeración de partículas de carbón es acentuada en
un reactor de hidrocarbonización en donde el calentamiento
en presencia de un gas rico en hidrógeno favorece
realmente la formación de una superficie pegajosa sobre
las partículas de carbón que reaccionan. Además, en
general, la introducción de cualesquiera partículas sólidas
combustibles, carbonosas, incluso las que normalmente
no se aglomeran, en un lecho fluido que tiene una
atmósfera tendente a inducir aglomeración, puede dar
como resultado la aglomeración y desfluidificación del
lecho.

Se han sugerido diversos tratamientos para
controlar esta tendencia de los carbones a aglomerarse,
incluyendo la oxidación, antes de efectuar un tratamiento
adicional a alta temperatura; Desde luego, la
tendencia de carbones bituminosos a la aglomeración
puede ser destruída completamente si el carbón es sometido
a suficiente oxidación. No obstante, en dicho tratamiento,
la oxidación a temperaturas elevadas libera una porción
de los compuestos evaporables presentes en

el carbón y requiere un mínimo de desde aproximadamente 10 minutos a 40 minutos de calentamiento. Cuando, subsiguientemente, es carbonizado dicho carbón oxidado, se pierden del carbón grandes cantidades de materiales volátiles útiles, algunas veces en una cantidad hasta de cincuenta por cien de todo el contenido de volátiles. Se puede decir generalmente que cada incremento de oxidación da como resultado una disminución del rendimiento de alquitrán que puede lograrse.

5

10

Con el fin de utilizar carbones que se aglomeran en procedimientos de carbonización de carbón en seco a baja temperatura y obtener todavía cantidades sustanciales de productos líquidos, se ha sugerido que el grado mínimo de una oxidación en lecho fluidificado requerida para lograr la posibilidad de realización de un procedimiento de carbonización a baja temperatura en lecho fluidificado para aglomerar carbones bituminosos se produce cuando la oxidación se lleva a cabo en el margen plástico de temperaturas del carbón durante un período de tiempo de 10 minutos a 40 minutos en un lecho fluidificado. También, la patente de los Estados Unidos número 3.337.417 describe un método de tratar previamente carbones que se aglomeran antes de la carbonización, en que se reduce la cantidad de material volátil perdido en la operación de oxidación;

15

20

25

15.12.75

5 el método comprendía calentar previamente el carbón en ausencia de oxígeno a una temperatura de desde aproximadamente 390°C hasta aproximadamente 420°C; oxidar suavemente el carbón previamente calentado con un gas que contenía oxígeno durante unos pocos segundos a una temperatura sustancialmente igual a la temperatura del carbón previamente calentado; y carbonizar inmediatamente el carbón oxidado, previamente calentado.

Resumen del invento

10 Un objeto de este invento es evitar la aglomeración de carbones a temperaturas elevadas en una zona de reacción de lecho fluido de un reactor y crear de este modo procedimientos mejorados de gasificación, hidrocarbonización e hidrogasificación empleando dicha
15 zona de reacción de lecho fluido. Otro objeto de este invento es crear un procedimiento mejorado y continuo para hidrocarbonizar carbones que se aglomeran en que el funcionamiento de la zona de hidrocarbonización de lecho fluido se realiza a presiones elevadas y en una
20 atmósfera rica en hidrógeno que tiende a inducir aglomeración. Todavía otro objeto de este invento es crear un método de acondicionar previamente partículas de carbón que se aglomeran en un flujo de fase densa a temperaturas elevadas con el fin de hacer máximo el rendimiento unitario del producto de reacción de carbón y
25

15.12.75

hacer mínimos los efectos de la dilución sobre el producto de reacción. Otro objeto de este invento es crear una medida de control acrecentado sobre las condiciones del procedimiento de conversión de carbón, particularmente el tiempo de permanencia y la temperatura, y de este modo hacer práctico el funcionamiento en condiciones que tienden a hacer máximo el rendimiento espacio-tiempo.

Dicho de modo breve, este invento se refiere, en un aspecto, al descubrimiento de que partículas de carbón que se aglomeran pueden ser acondicionadas previamente con rapidez en procedimientos de gasificación, hidrocarbonización e hidrogasificación empleando un reactor de lecho fluido mediante calentamiento previo de un flujo denso de partículas de carbón a una temperatura de aproximadamente 280°C a aproximadamente 420°C en ausencia de oxígeno y luego oxidando rápidamente las partículas previamente calentadas en un tubo vertical con un gas que contiene oxígeno, similarmente calentado de modo previo. Cuando se calientan previamente las partículas a una temperatura entre aproximadamente 350°C y aproximadamente 420°C, el período de tiempo de calentamiento previo es mantenido lo suficientemente breve para evitar una aglomeración y una pérdida significativas de materiales volátiles.

La reacción de oxidación parcial es exotérmica lo cual da como resultado un aumento de temperatura que depende de la cantidad usada de oxígeno y de su grado de reacción. Un aumento de temperatura hasta de aproximadamente 80°C por kg de oxígeno que reacciona por 100 kg de carbón oxidado, puede esperarse típicamente de acuerdo con el procedimiento de este invento. Las temperaturas de las partículas de carbón y del gas que contiene oxígeno se seleccionan de manera que las partículas de carbón alcanzan una temperatura final deseada después de la oxidación. Además, un gas que contiene oxígeno previamente calentado, efectúa rápidamente la reacción química que oxida las partículas de carbón. Dado que la reacción de oxidación es exotérmica, la temperatura real de oxidación está por encima de la temperatura de calentamiento previo de las partículas de carbón o del gas que contiene oxígeno. La temperatura real de oxidación deberá ser suficientemente alta para una reacción rápida, preferiblemente superior a 380°C, pero suficientemente baja para excluir una grave desvolatilización, y preferiblemente estará por debajo de aproximadamente 480°C. Por esta razón, la temperatura a la que son calentadas previamente las partículas de carbón y el gas que contiene oxígeno, deberá seleccionarse para obtener una temperatura real de reacción de

oxidación entre aproximadamente 380°C y aproximadamente 480°C, que es una temperatura dentro de la temperatura de transformación plástica de las partículas de carbón tratadas.

5 Se evita una desvolatilización significativa de carbones durante la oxidación regulando el ambiente térmico dentro del tubo vertical de oxidación. Un control consiste en seleccionar las temperaturas de calentamiento previo de partículas de carbón y del gas que
10 contiene oxígeno. Otro control depende de los carbones y de las temperaturas particulares que se emplean y constituye una regulación del límite superior de la temperatura de reacción de oxidación por enfriamiento intermedio. En algunos casos, el primer control puede
15 ser suficiente para evitar una desvolatilización significativa que se produce en general, a una temperatura de oxidación por encima de aproximadamente 480°C. En otros casos, es deseable o necesario emplear ambos controles en combinación de manera que la temperatura máxima de oxidación sea regulada hasta por debajo de la
20 temperatura que se encuentre que desvolatiliza significativamente un carbón particular, en general por debajo de aproximadamente 480°C.

25 La regulación del ambiente térmico por enfriamiento intermedio puede lograrse convenientemente median-

te la introducción o inyección de un gas o líquido inerte tal como agua, preferiblemente atomizado en un rociado fino, dentro del tubo vertical de oxidación. La regulación del ambiente térmico de esta manera puede ser innecesario cuando el límite superior de la temperatura de reacción de oxidación está por debajo de aproximadamente 480°C. No obstante, cuando la temperatura de reacción de oxidación excede de aproximadamente 480°C, o cuando excede de una temperatura previamente seleccionada entre aproximadamente 380°C y aproximadamente 480°C, deberá emplearse, tal como se describe aquí anteriormente, la regulación por enfriamiento intermedio del ambiente térmico.

El gas inerte o agua líquida, ordinariamente a la temperatura ambiente, deberá ser introducido dentro de al menos una entrada en el extremo superior del tubo de oxidación sustancialmente vertical, y preferiblemente dentro de una pluralidad de dichas entradas. La temperatura del agente refrigerante inyectado es, por definición, más fría que el límite superior de la temperatura de oxidación. Las cantidades que se emplean de gas inerte o de agua líquida pueden ser reguladas automáticamente mediante un regulador que responde a la temperatura, situado en el circuito. El regulador podría regular las cantidades inyectadas en el tubo

vertical de oxidación, que a su vez relacionaría el límite superior de la temperatura de reacción de oxidación. Con fines ilustrativos, se puede considerar que el regulador funciona muy similarmente a un termostato ordinario, abriendo o cerrando el flujo de gas o agua líquida de refrigeración a través de uno o más medios que trabajan conjuntamente y responden a variaciones de temperatura. De esta manera, cuando se alcanza una temperatura previamente determinada en el tubo vertical de oxidación, el regulador puede ser empleado para regular convenientemente el ambiente térmico en el tubo vertical de oxidación y evitar de este modo una desvolatilización significativa.

Cuando se emplean carbones reactivos que tienen baja temperatura de inflamación, es deseable efectuar una selección de la temperatura de calentamiento previo entre aproximadamente 280°C y aproximadamente 350°C, ya que es aceptable un aumento de temperatura entre aproximadamente 350°C y aproximadamente 480°C en el tubo vertical de oxidación adiabática. Algunas veces será innecesaria una regulación adicional de la temperatura de oxidación final alcanzada por estos carbones reactivos, pero algunas veces puede ser requerida.

Una temperatura de calentamiento previo entre 350°C y aproximadamente 420°C puede ser empleada para la

mayor parte de los carbones, incluyendo carbones no reactivos, pero usualmente es excesiva la temperatura alcanzada en el tubo vertical de oxidación. Puede emplearse inyección de agua o gas inerte directamente en el oxidador previo, durante la oxidación para regular la temperatura de la reacción de oxidación a una temperatura previamente determinada entre aproximadamente 380°C y aproximadamente 480°C, preferiblemente entre aproximadamente 400°C y aproximadamente 420°C. En el lugar en que ha sido consumido sustancialmente el oxígeno en el tubo vertical, es decir en el extremo superior de la zona de oxidación, se puede inyectar agua líquida o gas inerte adicional para apagar parcialmente las partículas de carbón con el fin de disminuir su temperatura a aproximadamente 300°C hasta aproximadamente 400°C. El apagado se emplea para controlar la desvolatilización y facilitar el funcionamiento de equipos tales como válvulas durante las manipulaciones subsiguientes, tales como la puesta a presión, el transporte e inyección dentro del reactor.

Es posible un tiempo de oxidación en el tubo vertical, que es alargado en sentido vertical, de aproximadamente 20 segundos hasta aproximadamente 300 segundos, y se prefiere por el método de este invento uno de aproximadamente 20 segundos hasta aproximadamente 100

segundos. Este corto tiempo de oxidación dentro del margen de temperaturas de transformación plástica reduce drásticamente la descomposición del carbón. Por lo tanto, son recuperados los productos deseables del tratamiento subsiguiente del carbón y no se pierden.

En otro aspecto, este invento se refiere a un procedimiento continuo mejorado de hidrocarbonización en que partículas de carbón fluidificadas son oxidadas rápidamente a una temperatura preferida y luego son introducidas a una presión de aproximadamente 7 kg/cm² a aproximadamente 105 kg/cm² en un reactor de hidrocarbonización con un tiempo mínimo de enfriamiento y mantenimiento intermedios. La puesta a presión de las partículas de carbón fluidificadas puede realizarse antes de la oxidación o, preferiblemente, después de la oxidación. Similarmente, los procedimientos de gasificación con vapor de agua o de hidrogasificación pueden ser mejorados para manipular carbón que se aglomera por utilización de este invento.

Por el término "hidrocarbonización", tal como se emplea por esta memoria descriptiva, se entiende una pirólisis o carbonización en una atmósfera rica en hidrógeno en condiciones tales que se produce con hidrógeno una reacción significativa de carbón y/o de carbón

parcialmente reaccionado y/o de productos de reacción de carbón.

5 En contraste con la carbonización, o pirólisis simple, una de las ventajas principales inherentes a la hidrocarbonización es el control mejorado que proporciona sobre el rendimiento, la calidad y distribución del producto. Si bien la distribución de producto entre gas, líquido y residuo carbonoso sólido es en cierto grado una función de la naturaleza del carbón alimentado, el cuadro puede ser alterado considerablemente por variación de las condiciones de reacción. Además de ello, independientemente del rendimiento y/o de la distribución, como resultado de la hidrocarbonización, los productos finales son también más estables que los obtenidos a partir del mismo carbón por pirólisis. Además, el grado de conversión de carbones en productos diferentes de un residuo carbonoso sólido, puede ser hecho variar también dentro de ciertos límites.

10
15
20 La necesidad de hacer mínima la pérdida de productos volátiles potenciales que han de ser hechos reaccionar con hidrógeno en la zona de hidrocarbonización es por lo tanto crítica en un procedimiento de hidrocarbonización. El control mejorado sobre el rendimiento, la calidad y la distribución del producto en

la hidrocarbonización hace al mismo particularmente adaptable y susceptible de ser integrado en un procedimiento en lo esencial equilibrado internamente. La conversión en líquidos y gas puede ser controlada para dar como resultado justo el residuo suficiente para satisfacer otras necesidades de soporte, tales como producción de hidrógeno y diversos requisitos de energía de calentamiento de alto nivel. Por utilización del acondicionamiento por oxidación de este invento, no sólo se mejora un procedimiento de hidrocarbonización de manera que con éste se puedan someter a tratamiento carbones que se aglomeran, sino que se hace sustancialmente máxima su eficacia para convertir los carbones que se aglomeran en una gama deseada de productos.

Un procedimiento continuo para hidrocarbonizar un flujo de fase densa de partículas de carbón en una zona de reacción de lecho fluido puede ser mejorado en una aplicación del presente invento. Partículas de carbón, preferiblemente partículas que se aglomeran, son calentadas previamente en flujo de fase densa en ausencia de oxígeno a una temperatura entre aproximadamente 280°C y aproximadamente 420°C, con tal que cuando la temperatura de calentamiento previo esté dentro de la temperatura de transformación plástica de las parti-

culas de carbón, a saber entre aproximadamente 350°C y aproximadamente 420°C, el período de tiempo de calentamiento previo es suficientemente breve para evitar una aglomeración significativa de las partículas.

5 Las partículas de carbón previamente calentadas pueden ser puestas a presión antes o después de la oxidación, a una presión superior a la presión de reacción. La oxidación del flujo de fase densa, previamente calentada, de partículas de carbón se efectúa en un tubo

10 vertical durante un período de tiempo de aproximadamente 20 segundos a aproximadamente 100 segundos con una cantidad medida, previamente determinada, de un gas que contiene oxígeno previamente calentado, haciendo el calor exotérmico de la reacción de oxidación que suba la temperatura de las partículas de carbón a una temperatura

15 previamente determinada, regulada de manera que permanezca dentro del margen de temperaturas de transformación plástica de las partículas de carbón tratadas; e introduciendo rápidamente a la presión de reacción dichas

20 partículas de carbón previamente calentadas y oxidadas en flujo de fase densa dentro del lecho fluido del reactor de hidrocarbonización.

Puede ser deseable disminuir adicionalmente la temperatura de las partículas de carbón previamente calentadas y previamente oxidadas, preferiblemente

25

15.12.75

5

por inyección de agua líquida, a una temperatura a la que es despreciable la desvolatilización, preferiblemente entre alrededor de 300°C y alrededor de 400°C. Luego, las partículas de carbón pueden ser puestas a presión a una presión superior a la presión de reacción, e introducidas rápidamente en el lecho fluido del reactor a la presión de reacción.

10

Las partículas de carbón se comportan de una manera similar o igual a la de un gas o líquido en la zona de reacción de lecho fluido. El lecho fluido es retromezclado. Las partículas de carbón quedan en el lecho durante tiempos de detención con distribución amplia, oscilando el período de tiempo entre unos segundos hasta varias veces el tiempo medio de permanencia. Además, estos tiempos de detención son generalmente independientes del tamaño de partículas.

15

20

Por "fase densa", tal como se emplea a lo largo de esta memoria descriptiva, se entiende una concentración de sólidos en gas fluidificante de desde aproximadamente 239 a aproximadamente 636 kg de sólidos por cada metro cúbico de gas.

25

Los carbones han sido clasificados de acuerdo con las categorías según se especifican en la siguiente tabla, a saber la Tabla A.

15.12.75

Tabla A. Clasificación de carbones por cate-

gorías^a

(Leyendas: C.F. = carbón fijo; M.V. = materia volátil;
cal. = calorías)

Clase	Grupo	Límites de carbón fijo o calorías, sobre base libre de cenizas.
I. Antracita	1. Meta-antracita	C.F., 98% o más (M.V. seca, 2% o menos)
	2. Antracita	C.F., 92% o más y menos de 98% (M.V. seca, 8% o menos y más de 2%)
	3. Semiantracita ^b	C.F. seco, 86% o más y menos de 92% (M.V. seca, 14% o menos y más de 8%)
II. Bituminoso ^d	1. Carbón bituminoso de bajo contenido de volátiles	C.F. seco, 78% o más y menos de 86% (M.V. seca, 22% o menos y más de 14%)
	2. Carbón bituminoso de contenido medio de volátiles	C.F. seco 69% o más y menos de 78% (M.V. seca, 31% o menos y más de 22%)
	3. Carbón bituminoso A de alto contenido de volátiles	C.F. seco, menos de 69% (M.V. seca más de 31%)
	4. Carbón bituminoso B de alto contenido de volátiles	Calorías húmedas ^c ; 3.276.000 o más, y menos de 3.528.000 ^e
	5. Carbón bituminoso C de alto contenido de volátiles	Calorías húmedas, 2.772.000 o más, y menos de 3.276.000 ^e

		1. Carbón A sub-bitu minoso	Calorías húmedas, 2.772.000 o más, y menos de 3.276.000 ^e
	III. Sub- -bitu minoso	2. Carbón B sub-bitu minoso	Calorías húmedas, 2.394.000 o más, y menos de 2.772.000 ^e
5		3. Carbón C sub-bitu minoso	Calorías húmedas, 2.091.600 o más, y menos de 2.394.000 ^e

	IV. Ligní tico	1. Lignito	Calorías húmedas, menos de 2.091.600
10		2. Hulla	Calorías húmedas, menos de 2.091.600

15 a = Esta clasificación no incluye unos pocos carbones que tienen propiedades físicas y químicas desusadas y que entran dentro de los límites de carbón fijo o calorías de las categorías bituminosas de elevado contenido de volátiles y sub-bituminosas. Todos estos carbones, o contienen menos de 48% de humedad y carbón fijo exento de cenizas, o tienen más de 3.906.000 calorías húmedas, sobre base libre de cenizas.

20 b = Si se aglomeran, se clasifican en el grupo de bajo contenido de volátiles de la clase bituminosa.

25 c = Calorías húmedas se refiere a carbón que contiene su humedad de veta natural, pero no incluye el agua visible sobre la superficie del carbón.

d = Se admite que puede haber variedades que no se apelmazan en cada grupo de la clase bituminosa.

5 e = Carbones que tienen 69% o más de carbón fijo, sobre la base seca libre de materia mineral, serán clasificados de acuerdo con el contenido de carbón fijo, independientemente de las calorías.

10 f = Hay tres variedades de carbón en el grupo de carbón bituminoso C de alto contenido de volátiles, a saber: Variedad 1, que se aglomera y no se descompone frente a condiciones climáticas; Variedad 2, que se aglomera y se descompone frente a condiciones climáticas; Variedad 3, que no se aglomera y no se descompone frente a condiciones climáticas.

Fuente : A.S.T.M. D388-38 (referencia 1)

15 Tal como puede verse de la Tabla A anterior, el presente invento encuentra aplicación particular en los carbones de categoría superiores, tales como las clases II y III sub-bituminosas y bituminosas que se aglomeran.

20 De acuerdo con el método de acondicionamiento previo de este invento, un carbón que se aglomera, más fino de aproximadamente malla 8, preferiblemente más fino de aproximadamente malla 20, puede ser puesto a presión a una presión suficiente para entrar en el reactor de hidrocarbonización a una presión del reactor

25

15.12.75

que permite una caída de presión en las conducciones de alimentación. No obstante, en muchas circunstancias es preferible realizar el método de acondicionamiento previo de este invento sustancialmente a la presión atmosférica o a la presión moderadamente superior a la atmosférica, y poner a presión las partículas de carbón después de oxidación e inmediatamente antes de introducir las en el reactor de hidrocarbonización.

Las partículas de carbón que se aglomeran son calentadas previamente con rapidez en ausencia de oxígeno a una temperatura de desde aproximadamente 280°C a aproximadamente 420°C, con tal que cuando sean calentadas a una temperatura entre aproximadamente 350°C y aproximadamente 420°C, las partículas de carbón sean mantenidas a esta temperatura antes de oxidación sólo durante un breve período de tiempo para evitar una aglomeración significativa de las partículas. Cuando dicha temperatura de calentamiento previo está por debajo de la temperatura de transformación plástica del carbón, es decir entre aproximadamente 280°C y aproximadamente 350°C, no es crítico el tiempo a esta temperatura. No obstante, cuando dicha temperatura de calentamiento previo está dentro de la temperatura de transformación plástica del carbón, es decir entre aproximadamente 350°C y aproximadamente 420°C,

5 el tiempo de permanencia a esta temperatura debe ser
suficientemente corto para evitar una aglomeración
significativa y una indeseable desvolatilización. El
período de tiempo a esta temperatura, incluyendo el
10 tiempo en que se mantiene en una atmósfera libre de
oxígeno antes de la oxidación, no deberá exceder de
aproximadamente 10 minutos, y preferiblemente no de-
berá exceder de aproximadamente 1 minuto. Cuando se
emplea una temperatura de calentamiento previo entre
aproximadamente 280°C y aproximadamente 420°C, de acuer-
do con el procedimiento de este invento se efectúa rá-
pidamente la oxidación en la superficie de las partícu-
las de carbón.

15 Las partículas de carbón son preferiblemente
calentadas de modo indirecto en flujo de fase densa.
Por ejemplo, un flujo de fase densa de las partículas
de carbón se puede realizar a través de un intercambia-
dor de calor tubular que tiene una proporción de super-
ficie de calentamiento a volumen interno que favorece
20 una buena transferencia de calor a los sólidos. De es-
ta manera, el carbón en flujo de fase densa puede ser
calentado indirectamente a una temperatura previamente
determinada en menos de alrededor de 1 minuto, preferi-
blemente en menos de alrededor de 30 segundos, y más
25 preferiblemente en menos de alrededor de 15 segundos.

15.12.75

Es deseable no calentar previamente a una temperatura mayor de alrededor de 420°C, o en caso contrario puede resultar una excesiva volatilización y aglomeración del carbón.

5 Puede utilizarse como gas fluidificante cualquier gas no oxidante, por ejemplo gas de combustión, gas combustible, nitrógeno, vapor de agua, hidrógeno o similares. Un gas combustible, tal como un gas combustible de hidrógeno y metano, puede ser utilizado, ya que durante la oxidación el oxígeno contenido reacciona preferentemente con las superficies de las partículas de carbón. Esto proporciona la misma estabilización contra la aglomeración que cuando el vehículo es inerte.

10

15 Las partículas de carbón previamente calentadas son luego oxidadas suavemente por exposición a una cantidad controlada de un gas que contiene oxígeno en un tubo vertical alargado en sentido vertical. Tal como se describe aquí, partículas de carbón previamente calentadas a una temperatura dentro de la temperatura de transformación plástica de las partículas deberán ser oxidadas sin retardo sustancial con el fin de evitar aglomeración. La temperatura del gas que contiene oxígeno que entra en contacto con las partículas de carbón deberá ser sustancialmente igual a la temperatura de las partículas de carbón, es decir entre aproximadamente 280°C

25

15.12.75

y aproximadamente 420°C. Gases apropiados que contienen oxígeno, que pueden utilizarse en este invento, incluyen, sin estar limitado a ellos, aire, aire enriquecido o una mezcla de gas inerte y oxígeno. Cuando se oxida a una presión por encima de la presión del reactor de hidrocarbonización, puede ser preferible utilizar gas de oxígeno previamente separado en algunos casos, o utilizar aire y separar los materiales inertes antes de la reacción. Esto evita cualquier contaminación con nitrógeno, pero requiere especiales precauciones de seguridad.

Se emplea una cantidad previamente determinada de gas que contiene oxígeno siendo la cantidad suficiente para acondicionar las partículas de carbón contra la aglomeración. La cantidad de oxígeno suministrada al tubo vertical afectará a la cantidad de oxígeno consumido durante la oxidación. Para la mayor parte de los carbones que se aglomeran, deberá suministrarse oxígeno en una cantidad suficiente para proporcionar de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 6 por cien en peso basado en el peso del carbón, preferiblemente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 4 por cien en peso, basado en el peso del carbón. No obstante, la cantidad mínima de oxígeno necesaria para acondicionar el carbón particular contra aglomeración debe-

rá ser utilizada con el fin de hacer máximo el rendimiento potencial de productos volátiles.

5 El acondicionamiento previo de partículas de carbón con oxígeno o con un gas que contenga oxígeno puede efectuarse conduciendo las partículas de carbón previamente calentadas y oxígeno o un gas que contiene oxígeno en sentido ascendente a través de un tubo sustancialmente vertical. Preferiblemente, el tubo vertical que se extiende en sentido vertical tiene 10 un diámetro relativamente estrecho. Las partículas de carbón son arrastradas en el gas y llevadas a través del tubo vertical junto con él. La velocidad de fluidificación en el tubo vertical es mantenida ligeramente mayor que la velocidad de caída libre de las partículas mayores de carbón que se empleen. El lecho es por lo 15 tanto un lecho fluido de fase relativamente diluída. Controlando la velocidad de fluidificación de esta manera, cada partícula de carbón sólo efectúa aproximadamente una pasada a través del tubo vertical. A causa de 20 las propiedades de dicho lecho fluido portador, se produce segregación de tamaños de partículas de carbón, teniendo las partículas mayores un tiempo de permanencia considerablemente más largo en el tubo vertical que las partículas menores. Esto es altamente beneficioso 25 para contrarrestar la tendencia natural de las partículas

5

menores a reaccionar preferentemente, debido a su proporción elevada de superficie a volumen. Adicionalmente, la cantidad de oxígeno en el gas que contiene oxígeno y la velocidad de fluidificación se controlan de manera tal que el oxígeno es consumido sustancialmente y las partículas de carbón abandonan el tubo vertical en estado sustancialmente libre de oxígeno no reaccionado.

10

15

20

25

15.12.75

El calor exotérmico de la reacción de oxidación parcial efectúa un aumento de la temperatura dependiendo de la cantidad usada de oxígeno y de su grado de reacción. Cuando se utiliza una cantidad previamente determinada de oxígeno previamente calentado para oxidar el carbón similarmente calentado previamente, la reacción exotérmica resultante realiza típicamente un aumento de temperatura hasta de 80°C por kilogramo de oxígeno reaccionado por 100 kilogramos de carbón oxidado. Por ejemplo, carbón previamente calentado a aproximadamente 350°C, cuando es oxidado con una cantidad previamente determinada de oxígeno de aproximadamente 3% en peso del carbón previamente calentado, que está calentado previamente de modo similar a aproximadamente 350°C, puede ser llevado a una temperatura de aproximadamente 590°C debido a la oxidación exotérmica. Una temperatura final del carbón después de oxidación muy por encima

del margen de desde aproximadamente 380°C hasta aproximadamente 480°C deberá ser evitada, por ejemplo mediante control de la temperatura de calentamiento previo de las partículas de carbón y del gas que contenga oxígeno, o si es necesario por introducción de gas inerte adicional o preferiblemente por inyección de agua, para evitar una grave desvolatilización del carbón. El grado de control de la temperatura de calentamiento previo depende de la reactividad del carbón particular frente a oxígeno y de la temperatura a la que comienza la oxidación.

La oxidación parcial puede efectuarse a una presión por encima de la presión en el reactor o a una presión sólo ligeramente elevada por encima de la presión atmosférica. Gases de vehículo inertes que pueden utilizarse en la operación de oxidación parcial incluyen vapor de agua, nitrógeno, gas de combustión, un gas que contiene hidrógeno tal como gas de recirculación de proceso, o similares. Gases apropiados que contienen oxígeno, que pueden utilizarse como manantial de oxígeno para la oxidación, incluyen aire, aire enriquecido u oxígeno elemental. No obstante, si se utiliza aire a cualquier presión, puede ser deseable eliminar el gas nitrógeno residual antes de poner a presión con gas de proceso en el reactor, con el fin de evitar la dilución

del producto gaseoso. Si se utiliza un gas vehículo inerte, puede ser también deseable desplazar este gas antes de introducir en el reactor el carbón previamente acondicionado.

5

10

15

20

25

Partiendo del tubo vertical, las partículas de carbón previamente calentadas y oxidadas pasan a través de un separador de sólidos y gas, tal como un ciclón, en que las partículas de carbón oxidadas son separadas del gas vehículo inerte y/o de gases contaminantes tales como dióxido de azufre. El gas inerte puede ser evacuado a la atmósfera o recirculado como un vehículo de gas inerte. Las partículas de carbón oxidadas, previamente calentadas, que se acumulan en el ciclón pueden ser hechas pasar a almacenamiento para su puesta a presión a la presión del sistema del reactor por ejemplo con gas de recirculación del reactor. No obstante, es importante apagar parcialmente las partículas de carbón previamente acondicionadas, preferiblemente por utilización de inyección de agua líquida, a una temperatura a la que será despreciable la pérdida de materiales volátiles. Es deseada una temperatura después de apagado menor de aproximadamente 400°C, y es preferida una entre aproximadamente 300°C y aproximadamente 400°C. También, es importante mover de modo rápido las partículas de carbón previamente

15.12.75

5

acondicionadas y parcialmente apagadas para hacer mínima adicionalmente cualquier desvolatilización posible y cualquier enfriamiento adicional. Moviéndolo con rapidez, se hacen mínimas cualesquiera pérdidas de temperatura más sustanciales antes de la reacción en el reactor.

10

En el procedimiento de hidrocarbonización de este invento es deseable, en general, realizar la operación de oxidación a una presión sólo moderadamente elevada por encima de la presión atmosférica. Después de oxidación, las partículas de carbón pueden ser separadas de una gran cantidad de gas inerte, por ejemplo por utilización de un ciclón. Después de ello, las partículas de carbón son puestas a presión y alimentadas a un reactor con un gas rico en hidrógeno, tal como hidrógeno o un gas de recirculación rico en hidrógeno.

15

20

Un método preferido de transferencia de las partículas de carbón desde la zona de oxidación a la zona del reactor consiste en la utilización de un sistema de alimentación en seco que emplea cierres de presión. Otros medios convencionales de transferencia de sólidos pueden ser empleados también, si se desea, para hacer pasar las partículas de carbón oxidadas desde el tubo vertical al reactor. Típicamente, pueden uti-

25

15.12.75

lizarse una tolva con cierre y un alimentador en estado fluidificado para poner a presión y alimentar las partículas de carbón al reactor.

5 El tiempo medio de permanencia de las partículas de carbón en la tolva con cierre y en el sistema alimentador en estado fluidificado que se emplean está entre aproximadamente 15 y aproximadamente 60 minutos. De este modo, la temperatura de las partículas de carbón deberá ser disminuída a una temperatura a la que se produce desvolatilización insignificante durante el tiempo medio de permanencia en el sistema de alimentación en seco antes de reacción en el reactor. Es deseable disminuir la temperatura de las partículas de escoria de carbón a una temperatura por debajo de 10
15 aproximadamente 400°C, y preferiblemente a una temperatura entre aproximadamente 300°C y aproximadamente 400°C con el fin de hacer funcionar de modo continuo las válvulas de manipulación de sólidos a alta presión, que se requieren para la puesta a presión. La temperatura de las partículas de carbón es disminuída rápidamente de modo preferible mediante apagado a una temperatura en la que es posible el funcionamiento continuo de las válvulas y es despreciable la volatilización. Puede también ser deseable disminuir la temperatura de las partículas de carbón a un valor entre aproxi-

madamente 300°C y aproximadamente 400°C, una temperatura a la que no es excesiva la desvolatilización incluso cuando no constituyen ningún problema las limitaciones de las válvulas. No obstante, es necesario un
5 apagado parcial después de la operación de oxidación tal como se describe con anterioridad para carbones en el margen de calentamiento previo por encima de aproximadamente 300°C.

Luego, las partículas de carbón previamente
10 acondicionadas son hechas reaccionar en un procedimiento continuo de hidrocarbonización, que emplea técnicas de fluidificación conocidas, calentando un lecho fluidificado con gas, o corriente del carbón. La reacción de hidrocarbonización se realiza a una temperatura de
15 aproximadamente 480°C hasta aproximadamente 600°C, con una presión parcial de hidrógeno de desde aproximadamente 7 kg/cm² a aproximadamente 105 kg/cm² y un tiempo medio de permanencia de sólidos de desde aproximadamente 3 a aproximadamente 60 minutos. Por el término "presión
20 parcial de hidrógeno", tal como se emplea en la memoria descriptiva, se entiende el promedio de media logarítmica de la presión parcial de hidrógeno en la corriente de alimentación y de gas producto.

La reacción de hidrocarbonización que se realiza en la presencia de oxígeno es exotérmica. Por lo
25
15.12.75

tanto, las partículas de carbón entrantes deberán tener una temperatura por debajo o dentro de su temperatura de transformación plástica, que también está por debajo de la temperatura de reacción, con el fin de controlar la temperatura final de reacción. Esto elimina la necesidad de una operación de calentamiento previo adicional después de oxidación para aumentar la temperatura de las partículas de carbón hasta la temperatura de reacción. La temperatura de la reacción de hidrocarbonización es determinada por el calor de reacción, la temperatura de la alimentación de carbón y la temperatura de los gases de alimentación de proceso. La temperatura de reacción es controlada y aumentada o disminuída controlando la temperatura de calentamiento previo de los gases de alimentación de proceso. La aglomeración de partículas de carbón es evitada sustancialmente en la zona de lecho fluido de hidrocarbonización mediante el método de acondicionamiento previo de este invento. Además, el rendimiento de productos volátiles recuperables resulta sustancialmente beneficiado debido al corto período de oxidación empleado en el método de acondicionamiento previo de este invento.

Con el fin de que el invento pueda ser comprendido más plenamente, será descrito ahora con refe-

15.12.75

rencia a los dibujos anejos, en los cuales:

La figura 1 es un esquema de flujo esquemático de una forma de realización preferida del procedimiento de este invento.

5 La figura 2 es un esquema de flujo esquemático de otra forma de realización preferida del procedimiento de este invento.

La figura 1 ilustra recipientes de suministros de carbón 10, 16, 30 y 40, alimentadores de carbón 22 y 44, el calentador previo 28, el tubo vertical 32 y el recipiente reactor 50. Se disponen conducciones para transportar partículas de carbón finamente divididas a través de los recipientes, en sucesión. Las partículas de carbón son transportadas a través de la conducción 26 desde la cámara de recogida 24 al calentador previo 28. Se transporta carbón a través de la conducción 30 desde el calentador previo 28 al tubo vertical 32. Desde el tubo vertical 32, se transporta carbón a través de la conducción 33 a un sistema de recuperación de sólidos 34 (no mostrado) o a un recipiente de suministro de carbón 36. Las partículas de carbón son transportadas a través de la conducción 47 desde la cámara de recogida 45 dentro del recipiente reactor 50. El carbón desvolatilizado, denominado escoria de carbón, procedente del recipiente reactor 50, es trans-

portado a través de la conducción 54, para ser recuperado como producto sólido o para recirculación. La conducción 52 es dispuesta para transportar productos líquidos y en forma de vapor desde el recipiente reactor 50 para tratamiento ulterior.

5

De acuerdo con el procedimiento de este invento, el carbón alimentado se encuentra en forma de partículas habiendo sido triturado, molido, pulverizado o tratado similarmente a un tamaño más fino de aproximadamente malla 8 de escala Tyler, y preferiblemente de aproximadamente malla 20 de escala Tyler o más fino. Además, el carbón de alimentación deberá estar sustancialmente seco, es decir libre de humedad superficial, si bien no necesariamente libre de agua adsorbida. No obstante, el grado de finura y sequedad no es crítico para el método de acondicionamiento previo de este invento. Por ejemplo, partículas de carbón bituminoso dimensionadas para pasar por malla 20 de escala Tyler que contienen 3,5% de agua pueden ser utilizadas, y muchos carbones bituminosos del Este pueden requerir poco o ningún secado. Cualquier cantidad de dicha agua adsorbida será evaporada durante el calentamiento previo. Además de ello, cualquier cantidad de dicha agua adsorbida debe ser incluida como parte del gas vehículo inerte y no deberá estar en cantidades tan

10

15

20

25

15.12.75

grandes que proporcione más cantidad de gas vehículo que la que se requiera.

5 Cada uno de los recipientes de suministro de carbón 10 y 16 puede mantener un lecho de partículas de carbón sustancialmente secas de tamaño fluidificable, empleadas en el procedimiento de este invento. Carbón, en una forma de partículas y en estado sustancialmente seco, es alimentado a través de la conducción 2 dentro del recipiente de suministro de carbón 10, en donde es transferido al recipiente de suministro de carbón 16 para ser puesto a presión. En 10 el recipiente de suministro de carbón 16, el carbón es puesto a presión con gas inerte tal como gas de combustión a una presión suficiente para ser llevado a través de las conducciones aguas abajo. Las partículas de carbón puestas a presión son luego alimentadas a través de la conducción 18 dentro de un alimentador en estado fluidificado 22, en donde un gas fluidificador pasa a través de la conducción 23 a una baja velocidad. La velocidad del vehículo gas inerte es suficiente para arrastrar las partículas de carbón de tamaño fluidificable y transportar las partículas en un flujo de fase densa en forma de una suspensión a través de la conducción 26 dentro del fondo del calentador 25 previo de carbón 28 de combustión directa. Alternativa-

mente, podría añadirse gas adicional a la conducción 26 para ayudar en el transporte (no mostrado). Podría utilizarse como gas fluidificador cualquier gas inerte, es decir cualquier gas no oxidante, incluyendo gas de combustión, gas combustible, nitrógeno, hidrógeno o similares.

El funcionamiento de los recipientes 10, 16 y 22 puede ser ilustrado describiendo un ciclo típico. Estando cerradas las válvulas 14 y 17, la tolva con cierre 16 es llenada hasta una profundidad previamente determinada con carbón procedente de la tolva con cierre 10 a través de la válvula abierta 12 y la conducción 11, esencialmente a la presión atmosférica. Luego, estando cerradas las válvulas 12 y 17, la tolva con cierre 16 es puesta a presión a una presión previamente determinada por encima de la presión del sistema de reacción a través de la válvula abierta 14 y de la conducción 13. Luego las válvulas 12 y 14 son cerradas y se introduce carbón dentro del recipiente de alimentación en estado fluidificado 22 a través de la válvula abierta 17 y de la conducción 18. Luego se repite el ciclo alrededor de la tolva con cierre 16. Un tiempo típico para dicho ciclo es de aproximadamente 10 a aproximadamente 30 minutos. Estando cerrada la válvula 17, se alimenta carbón fluidificado a una velocidad previamente deter-

minada a través de la conducción 26 a la unidad de calentamiento previo 28. Son posibles, desde luego, otras variantes en el ciclo de alimentación al alimentador fluidificado, pero éstas no son ilustradas, aquí ya que éstas y otras variantes no forman parte de las operaciones inventivas de este procedimiento.

El calentador previo de carbón 28 de combustión directa constituye un medio para calentar previamente con rapidez las partículas de carbón finamente divididas, en condiciones fluidificadas, a una temperatura de desde aproximadamente 280°C a aproximadamente 420°C, en ausencia de oxígeno, con tal que el tiempo a una temperatura de calentamiento previo a la que las partículas de carbón experimenten transformación plástica sea suficientemente breve para evitar aglomeración y/o desvolatilización significativa. A esta temperatura de calentamiento previo, se produce con rapidez una oxidación superficial de las partículas de carbón previamente calentadas. Las partículas de carbón son calentadas en el calentador previo 28 a la temperatura deseada por cualquier medio conveniente de intercambio de calor, por ejemplo por medio de calor radiante o de un gas de combustión caliente. En la figura 1, el gas de combustión caliente es representado como entrando por el fondo del calentador pre-

vio 28 a través de la conducción 27 y saliendo por la parte superior a través de la conducción 29.

Desde el calentador previo 28, las partículas de carbón calentadas pasan a través de la conducción 30 dentro del tubo vertical 32. Las partículas de carbón calentadas son recogidas junto al fondo del tubo vertical aislado 32 por un gas que contiene oxígeno procedente de la conducción 31, suministrado por un compresor, no mostrado. El gas que contiene oxígeno es convenientemente un gas de combustión caliente al que se ha añadido aire suficiente para proporcionar la cantidad de oxígeno calculada para reaccionar con el carbón previamente calentado. Las partículas de carbón son arrastradas en el gas y transportadas junto con él a través del tubo vertical 32 dentro de la conducción de transferencia 33. La velocidad de fluidificación en el tubo vertical 32 es mantenida ligeramente mayor que la velocidad de caída libre de las partículas de carbón mayores, de manera que cada partícula de carbón sólo efectúe una pasada a través del tubo. De este modo, el tubo es un lecho fluido portador de fase relativamente diluída. Debido a las propiedades de dicho lecho fluidificado portador, se produce una segregación de tamaños de partículas de carbón, teniendo las partículas mayores un tiempo de permanencia en el tubo vertical

5

considerablemente más largo que el de las partículas más pequeñas. Las partículas de carbón más finas, con su mayor superficie específica por unidad de peso y su menor velocidad de caída libre, se encuentran en la zona de oxidación durante un tiempo más corto que las partículas más gruesas. Esto tiende a contrarrestar la tendencia de las partículas más finas a reaccionar de modo preferente y a oxidar cada partícula en un grado sustancialmente equivalente.

10

15

20

25

15.12.75

La oxidación parcial que se produce es exotérmica y lleva a cabo un aumento de temperatura dependiendo de la cantidad usada de oxígeno y de su grado de reacción. El oxígeno en el gas que contiene oxígeno es consumido sustancialmente en el tubo vertical 32. Gas inerte o más preferentemente agua líquida, generalmente a la temperatura ambiente, puede ser introducido a través de las conducciones de entrada 32A y 32B dentro del tubo vertical 32, para regular la máxima temperatura de oxidación a una temperatura previamente determinada en el margen de aproximadamente 380°C a aproximadamente 480°C. Aunque sólo se ilustran las conducciones de entrada 32A y 32B, se prefiere tener al menos una conducción de entrada y es deseable tener una pluralidad de conducciones de entrada para este fin. Además de ello, gas inerte, o más preferentemente agua

líquida, puede ser introducido en la mitad superior del tubo vertical 32 a través de las conducciones de entrada 32C y 32D, preferiblemente dentro o cerca del extremo superior del tubo vertical 32 en una cantidad suficiente para disminuir la temperatura de las partículas de carbón por un apagado parcial a un margen de temperaturas entre aproximadamente 300°C y aproximadamente 400°C para evitar sustancialmente una desvolatilización durante las siguientes operaciones de separación, transferencia y puesta a presión. Aunque sólo se ilustran conducciones de entrada 32C y 32D, es preferido tener al menos una conducción de entrada y es deseable tener una pluralidad de conducciones de entrada para este fin.

Desde el tubo vertical 32, las partículas de carbón oxidadas en una fase relativamente diluída pasan a través de la conducción 33 dentro de un ciclón 34 que efectúa una separación entre sólidos y gas. El gas inerte, después de una limpieza apropiada de sólidos finos y/o de gases contaminantes tales como dióxido de azufre, es evacuado a la atmósfera o recirculado como vehículo gas inerte. Las partículas de carbón sólido desgasificadas caen a través de la conducción 35 dentro del recipiente de suministro de carbón 36, en donde son alimentadas a través de la conducción 38 y la válvula 37 den-

tro del recipiente de suministro de carbón 40 para ser
puestos a presión a través de la válvula 39. En el re-
cipiente de suministro de carbón 40, las partículas de
carbón son puestas a presión con gas de reposición de
5 alimentación al procedimiento o preferiblemente con gas
de recirculación de reacción a través de la válvula
abierta 39 hasta justamente por encima de la presión
del sistema del reactor, que está entre aproximadamen-
te 7 kg/cm² y aproximadamente 105 kg/cm². Las partícu-
10 las de carbón oxidadas deberán ser transportadas con
rapidez y sin ninguna pérdida sustancial de temperatu-
ra al recipiente reactor 50. Por lo tanto, es preferi-
ble utilizar un ciclo corto en el sistema de recipiente
de suministro de carbón, por ejemplo menos de aproxima-
15 damente una hora y calentar previamente el gas de pue-
ta a presión a una temperatura entre aproximadamente
300°C y 380°C para evitar un enfriamiento sustancial
de superficie de las partículas de carbón previamente
acondicionadas.

20 Desde el recipiente de suministro de carbón
40, las partículas de carbón puestas a presión son
alimentadas a través de la conducción 32 y la válvula
41 dentro de un alimentador en estado fluidificado 44
en donde un gas fluidificador pasa a través de la
25 conducción 42 con una baja velocidad. La velocidad del

15.12.75

gas de recirculación del procedimiento o de reposición, que se utiliza como vehículo gaseoso, es suficiente para arrastrar las partículas de carbón de tamaño fluidificable y transportar las partículas en un flujo de fase densa en forma de una suspensión a través de la conducción 47 dentro del fondo de recipiente reactor 50. El funcionamiento de los recipientes 36, 40 y 44 es idéntico al ciclo aquí descrito para el funcionamiento de los recipientes 10, 16 y 22.

La hidrocarbonización se efectúa en el reactor 44, usualmente a una temperatura de aproximadamente 480°C hasta aproximadamente 600°C, una presión parcial de hidrógeno de aproximadamente 7 kg/cm² y aproximadamente 105 kg/cm², y un tiempo medio de permanencia de sólidos entre aproximadamente 3 minutos y 1 hora. Una corriente calentada de un gas libre de oxígeno, que contiene hidrógeno, es añadida al fondo del recipiente reactor 50 a través de la conducción 48, para fluidificar las partículas de carbón y separarlas de productos de desvolatilización. La temperatura de la corriente que contiene hidrógeno es controlada, lo cual a su vez actúa como un control de la temperatura deseada en el reactor de hidrocarbonización 44. Los productos de desvolatilización y gas pasan a través de la conducción superior 52, que está equipada con un separador cicló

5 nico 56 para la eliminación de partículas arrastradas de escoria de carbón, que son recuperadas. Productos gaseosos y alquitranosos pueden ser separados en un sistema de recuperación de gas y alquitranes 60. La escoria de carbón desvolatilizada, caliente, es recuperada por la conducción 54.

10 Si bien se ilustra anteriormente el procedimiento empleando una reacción de hidrocarbonización en el reactor 44, entra también dentro del alcance de este invento emplear la oxidación controlada en unión con reacciones de gasificación o hidrogasificación en el reactor 44. Puede efectuarse una reacción de gasificación a una temperatura entre aproximadamente 750°C y aproximadamente 1.200°C y a una presión entre aproximadamente la atmosférica y aproximadamente 70 kg/cm².
15 Una reacción de hidrogasificación puede efectuarse a una temperatura entre aproximadamente 600°C y aproximadamente 1.000°C y a una presión entre aproximadamente 7 kg/cm² y aproximadamente 105 kg/cm².

20 La figura 2 ilustra recipientes de suministro de carbón 10' y 16', el alimentador de carbón 22', el calentador previo 28', el tubo vertical 32', el mezclador 35 y el recipiente reactor 50'. Se disponen conducciones para transportar partículas de carbón finamente divididas a través de los recipientes, en suce-

25

sión. La conducción 26' transporta el carbón desde la cámara de recogida 24' al calentador previo 28'. El carbón es transportado desde el calentador previo 28' dentro del tubo vertical 32' a través de la conducción 40 dentro del recipiente reactor 50'. Se emplea una conducción 54' para transportar carbón desvolatilizado, denominado escoria de carbón, desde el recipiente reactor 50' para ser recuperado como producto sólido o para recirculación. La conducción 52 está dispuesta para transportar productos líquidos y en forma de vapor desde el recipiente reactor 50' para tratamiento ulterior.

La realización del procedimiento de este invento que se ilustra en la figura 2, se desarrolla de una manera similar a la descrita en la figura 1. Así, los recipientes 10', 16', 22', los calentadores previos 28', 32' y 50', así como las válvulas 12', 14' y 17', se corresponden a sus recipientes y válvulas de contrapartida en la figura 1 y trabajan esencialmente de la misma manera, con las siguientes diferencias. Después de haber sido calentadas previamente en el recipiente 28', las partículas de carbón son puestas a presión a una presión por encima de la presión de reacción con una mezcla de gas del proceso, tal como gas de ciclo de reactor o gas de reposición a través de la conduc-

ción 33 y oxígeno a través de la conducción 34. Es indeseable la contaminación con nitrógeno. Por lo tanto, se utiliza preferiblemente un gas oxígeno libre de nitrógeno, previamente separado, a saber oxígeno esencialmente puro. No obstante, la utilización de dicho gas oxígeno esencialmente puro requiere precauciones especiales. La figura 2 muestra el gas oxígeno introducido dentro del gas vehículo frío a través del mezclador 35 para evitar mezclas explosivas locales, de oxígeno, hidrógeno y metano.

En el tubo vertical 32', la oxidación se produce tal como antes se describe pero a una presión por encima de la presión de reacción. Ya que es indeseable que las partículas de carbón estén a la presión de reacción en el reactor, la puesta a presión deberá permitir una pequeña caída de presión antes de la entrada en el reactor. Por lo tanto, la presión deberá ser suficientemente superior a la presión de reacción para superar la caída de presión al alimentar las partículas de carbón al reactor. Puede esperarse una caída de presión entre aproximadamente 3,5 kg/cm² y aproximadamente 14 kg/cm². Por lo tanto las partículas de carbón son puestas a una presión entre aproximadamente 3,5 kg/cm² y 14 kg/cm² por encima de la presión de reacción, de manera que entran en el reactor sustancialmente

a la presión de reacción. Desde el tubo vertical 32', las partículas de carbón oxidadas, a esta presión, son introducidas dentro del recipiente reactor 50' a través de la conducción 40 de la misma manera que se describe en la figura 1.

5

Dado que las partículas de carbón previamente acondicionadas y previamente calentadas son transferidas al reactor 50' con un mínimo tiempo de detención, no es necesario en general efectuar un enfriamiento y/o apagado parcial intermedio. La temperatura del reactor de hidrocarbonización es controlada calentando o enfriando y controlando la temperatura del gas de procedimiento adicional procedente de la corriente 48': A veces, no obstante, puede ser deseable regular la temperatura de oxidación introduciendo agua líquida en el tubo vertical 32' a través de las conducciones de entrada 32A' y 32B' a una temperatura previamente determinada en el margen de aproximadamente 380°C a aproximadamente 480°C. Si bien sólo se ilustran dos conducciones de entrada, deberá entenderse que habrá de emplearse al menos una conducción de entrada, cuando se desee, para este fin, y que pueden emplearse una pluralidad de conducciones de entrada.

10

15

20

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 27 de Di-

25

15.12.75

1 ciembre de 1974, bajo el N^o 536.870, se acoge a los be-
neficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Pro-
piedad Industrial.

5

- REIVINDICACIONES -

10

Los puntos de invención propia y nueva, que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-
te de Invención, en España, son los que se recogen en las
reivindicaciones siguientes:

15

1^a.- Un método de acondicionar previamente par-
tículas de carbón para evitar sustancialmente la aglome-
ración de dichas partículas en una zona de reacción de le-
cho fluido de un reactor, en el que se calienta previamen-
te un flujo de fase densa de dichas partículas en ausencia
de oxígeno hasta una primera temperatura previamente de-
terminada y se calienta previamente un gas que contiene
20 oxígeno hasta una temperatura sustancialmente igual a di-
cha primera temperatura previamente determinada; y en el
que dichas partículas previamente calentadas y dicho gas
25 sometido análogamente a calentamiento previo se introducen

1 en un tubo vertical en dirección ascendente, teniendo el
gas que contiene oxígeno y que entra en el tubo vertical
una velocidad superficial de gas mayor que la velocidad
5 de caída libre de las partículas de carbón de mayor tamaño, controlándose la cantidad de oxígeno en el gas y la velocidad superficial del gas de modo que se consuma sustancialmente el oxígeno y las partículas de carbón abandonen el tubo vertical sustancialmente libres de oxígeno, caracterizado porque (a) la primera temperatura
10 previamente determinada está entre aproximadamente 280 °C y aproximadamente 420 °C y el tiempo de calentamiento previo de las partículas de carbón es suficientemente breve para evitar una aglomeración significativa de dichas partículas; (b) la cantidad de dicho oxígeno en dicho gas está entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 6% en peso de dichas partículas, y la oxidación exotérmica incrementa la temperatura de dichas partículas hasta 80 °C, dependiendo del porcentaje en peso de oxígeno respecto a dichas partículas, y dichas partículas abandonan dicho
15 tubo vertical en aproximadamente 20 segundos a aproximadamente 300 segundos; (c) la temperatura de oxidación de dichas partículas se regula dentro de dicho tubo vertical hasta una segunda temperatura previamente determinada entre aproximadamente 380 °C y aproximadamente 480 °C,
20 una temperatura dentro de la temperatura de transforma-
25

1 ción plástica de dichas partículas; y (d) las partículas
oxidadas se introducen a dicha segunda temperatura pre-
viamente determinada en una zona de refrigeración en la
que se regula la temperatura de dichas partículas hasta
5 una tercera temperatura previamente determinada entre
aproximadamente 300°C y aproximadamente 400°C.

2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado además porque después de la oxidación se po-
nen dichas partículas oxidadas a una presión por encima
10 de la presión en dicha zona de reacción y se introducen
luego en dicha zona de reacción, con lo que se evita sus-
tancialmente la aglomeración de dichas partículas en di-
cha zona a medida que dichas partículas reaccionan a la
presión de reacción con un reactivo.

15 3ª.- Un método según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado además porque dicho gas que contiene oxígeno
está sustancialmente exento de nitrógeno; y dichas parti-
culas se ponen a una presión entre 3,5 kg/cm² y 14 kg/cm²
mayor que la presión en dicha zona de reacción antes de
20 la oxidación; y dichas partículas se introducen en dicha
zona de reacción, con lo que se evita sustancialmente la
aglomeración de dichas partículas en dicha zona de reac-
ción a medida que dichas partículas reaccionan a la pre-
sión de reacción con un reactivo.

25 4ª.- Un método según las reivindicaciones 2ª o

1 3ª, caracterizado porque dichas partículas son particu-
las de carbón sub-bituminoso o bituminoso que se aglome-
ran; dicho reactivo es un gas libre de oxígeno que contie-
ne hidrógeno; dicha zona de reacción se hace funcionar
5 a una temperatura de reacción entre aproximadamente 480 °C
y aproximadamente 600 °C, una presión parcial de hidróge-
no entre aproximadamente 7 kg/cm² y aproximadamente 84
kg/cm² y un tiempo de permanencia de sólidos entre apro-
ximadamente 3 minutos y aproximadamente 1 hora; y dicho
10 tiempo de oxidación en dicho tubo vertical es entre apro-
ximadamente 20 segundos y aproximadamente 100 segundos.

5ª.- Un método según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque dicho gas es aire.

15 6ª.- Un método según las reivindicaciones 2ª o
3ª, caracterizado porque dicha primera temperatura pre-
viamente determinada está entre aproximadamente 280 °C y
aproximadamente 350 °C.

20 7ª.- Un método según las reivindicaciones 2ª o
3ª, caracterizado porque dicha primera temperatura pre-
viamente determinada está entre aproximadamente 350 °C y
aproximadamente 420 °C, y el tiempo a dicha primera tem-
peratura previamente determinada no excede de aproximada-
mente 10 minutos.

25 8ª.- Un método según la reivindicación 7ª, ca-
racterizado porque el tiempo a dicha primera temperatura

1 previamente determinada no excede de aproximadamente 1
minuto.

5 9ª.- Un método según la reivindicación 3ª, ca-
racterizado porque dicha primera temperatura previrmen-
te determinada es de aproximadamente 350 °C a aproxima-
damente 420 °C, y dicha segunda temperatura previamente de-
terminada está entre aproximadamente 380 °C y 480 °C.

10 10ª.- Un método según la reivindicación 9ª, ca-
racterizado porque dicha segunda temperatura previamente
determinada está entre aproximadamente 400 °C y aproxima-
damente 420 °C.

11ª.- Un método según la reivindicación 3ª, ca-
racterizado porque dicho gas es oxígeno.

15 12ª.- Un método según las reivindicaciones 2ª
o 3ª, caracterizado porque dicha temperatura de oxidación
es regulada por la introducción de un agente refrigeran-
te que comprende un gas inerte o un líquido dentro de di-
cho tubo vertical.

20 13ª.- Un método según las reivindicaciones 2ª
o 3ª, caracterizado porque dicha zona de refrigeración
comprende el extremo superior de dicho tubo vertical, y
la temperatura de dichas partículas se regula introducién-
do un agente refrigerante que comprende un gas inerte o
un líquido dentro del extremo superior de dicho tubo ver-
25 tical.

1 14ª.- Un método según las reivindicaciones 12ª
o 13ª, caracterizado porque dicho agente refrigerante es
agua líquida.

5 15ª.- Un método de acondicionar previamente
partículas de carbón para evitar sustancialmente la aglo-
meración de dichas partículas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-
tecede, representado en los dibujos que se acompañan y
para los fines que se han especificado.

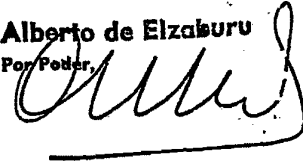
10 Esta Memoria consta de cincuenta y cuatro hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 20. 5. 1977

15

P. A.

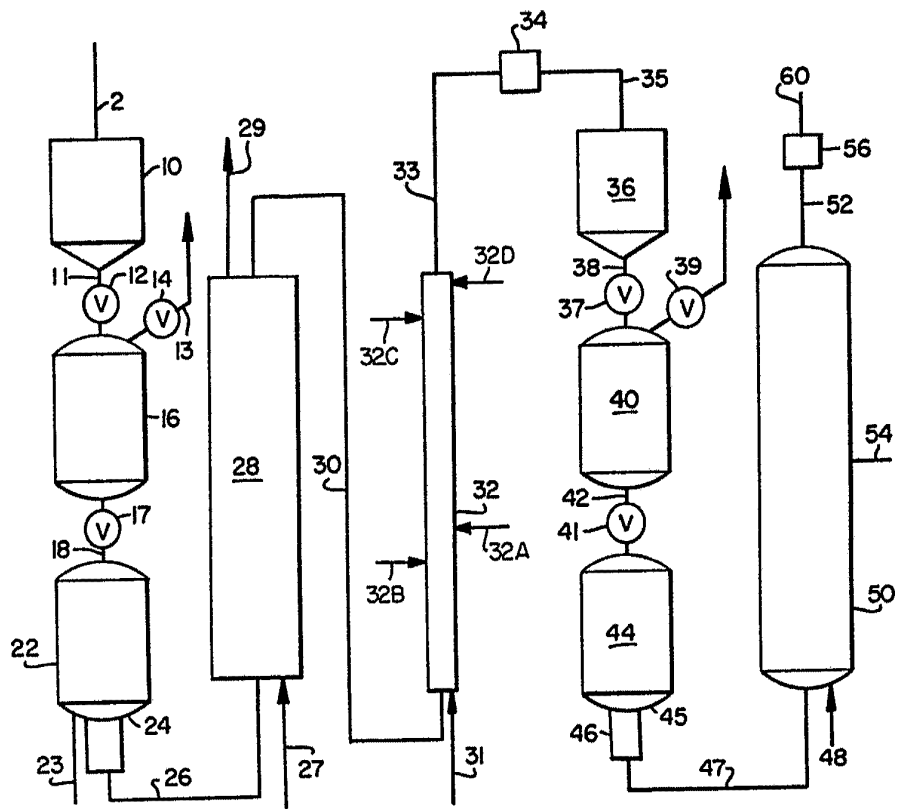
Alberto de Elzaburu
Por Poder.



20

25

30



F I G. I

Alberio de El...
Por Poder...

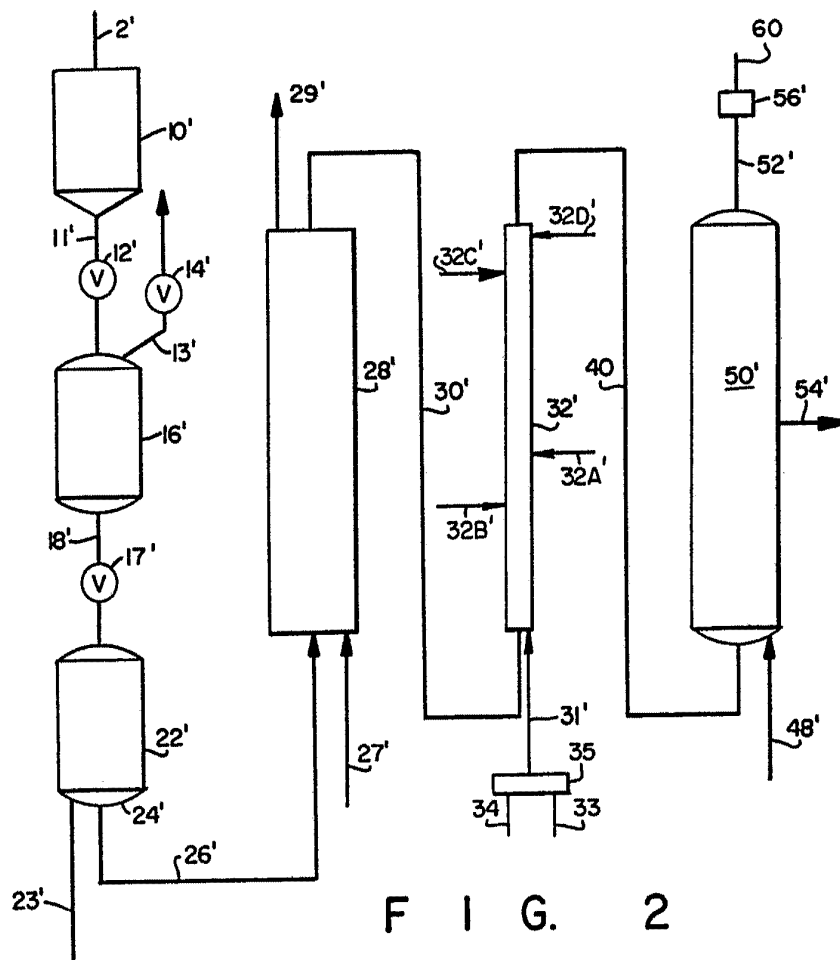


FIG. 2

Alberto de Lencastre
Por Poder.