

31 DIC. 1975

443887

P.- 61.967

BD-7646-1-SP
CONTINUOUS COAL
HYDROCARBONIZATION

Int. Cl. C10J

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de UNION CARBIDE CORPORATION

entidad norteamericana

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

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA HIDROCARBURIZACION
DE PARTICULAS DE CARBON"

18 ENE. 1977

CONCEDIDA

POOR
QUALITY

Este invento se refiere generalmente a un procedimiento para la preparación de compuestos fenólicos a partir de carbón. En otro aspecto, este invento se refiere a un procedimiento para preparar carbón desvolatilizado y productos combustibles gaseosos y líquidos a partir de carbón. Más particularmente, este invento se refiere a un método de hacer reaccionar carbón con hidrógeno de tal modo que la relación de compuestos fenólicos producidos al hidrógeno consumido sea la máxima. Más particularmente, este invento se refiere también a un procedimiento de hidrocarburización continuo que emplea una zona de reacción de lecho fluido para convertir carbón en carbón desvolatilizado y productos combustibles gaseosos y líquidos.

Las necesidades crecientes de energía han dirigido la atención a los combustibles fósiles sólidos debido a su asequibilidad en los Estados Unidos con una disponibilidad relativamente abundante y su valor potencial cuando se convierten en formas más útiles de energía y material de alimentación. Se sabe que el carbón es una fuente valiosa y potencial de compuestos químicos así como se ha efectuado un esfuerzo considerable en un intento para desarrollar un procedimiento para la producción eficaz de

tales compuestos químicos y tales productos combustibles. Los primeros procedimientos implicaban la carburización del carbón en una atmósfera inerte para producir solo alrededor de 5 a 15% en peso, generalmente alrededor de 10 a 15% en peso, basado en el carbón cargado, de producto líquido y alrededor de 70 a 75% en peso de carbón desvolatilizado sólido. Puesto que los productos eran generalmente adecuados solo como combustibles, estos procedimientos no fueron factibles comercialmente en Estados Unidos. El bajo rendimiento y la deficiente calidad de los productos los hacia comercialmente no atractivos.

La importancia de la cantidad valiosa de calentamiento unitario del producto de carbón desvolatilizado sólido incluso con todo el producto gaseoso y líquido era menor que la del carbón cargado.

En un esfuerzo para convertir la masa de carbón en un producto líquido, se desarrollaron los procedimientos de hidrogenolisis. En estos procedimientos, era necesario un "aceite pastoso" para disolver o poner en suspensión inicialmente el carbón materia prima; la suspensión de carbón y usualmente un catalizador en aceite se calentaba en

presencia de hidrógeno gaseoso a 450-550°C y aproximadamente 140 a 700 kg/cm² manométricos, generalmente 350 a 700 kg/cm² manométricos; y hasta 20-30% del carbón que no había reaccionado finamente dividido y la ceniza tenía que ser separada por filtración o separada de otro modo del producto de aceite primario viscoso y pesado. Aunque estos procedimientos tenían éxito porque la cantidad de productos líquidos aumentaba sustancialmente, no fueron comercialmente aceptables debido a los costes de inversión y de operación y en particular a que las necesidades de hidrógeno eran demasiado altas en comparación con el valor de los productos obtenidos. Se consideraron solamente en condiciones económicas especiales cuando son costosas o no asequibles fuentes de energía alternativas tales como el petróleo.

Más recientemente se desarrollaron procedimientos de "hidrocarburización" en seco, en los que el carbón se calentaba con hidrógeno gaseoso. Sin embargo, estos procedimientos eran generalmente procedimientos de tipo discontinuo y, debido a que fueron realizados a temperaturas y presiones muy elevadas, dieron como resultado la producción de gases y líquidos hidrocarbonados útiles principalmente como combustibles. Además, estos procedimientos disconti-

5 nuos no eran convertibles en procedimiento operables
en continuo por algún modo evidente. Las temperaturas
y presiones tan elevadas a las que trabajaban estos
procedimientos, también los hacían difíciles de lle-
var a efecto y ser considerados imprácticos. En la
patente de Estados Unidos 3.231.486 se mostró que un
carbón sub-bituminoso, el carbón Elkol puede ser car-
burizado bajo condiciones de operación suaves en pre-
sencia de hidrógeno en un lecho fluido. Otros pro-
10 cedimientos fueron dirigidos hacia la gasificación
total en lugar de hacia la producción de tanto gas
como aceite.

15 La gasificación total requiere gran consu-
mo de hidrógeno, así como condiciones de operación
difíciles y costosas. Por ejemplo, empleando la ecua-
ción estequiométrica, bruta, $\text{CH}_3(\text{carbón}) + 1,6 \text{H}_2$
 CH_4 , como base para calcular de modo aproximado el
consumo de hidrógeno, la gasificación total de 45
kilogramos de carbón idealizado (CH_3) a una eficacia
20 del 100% requeriría 11,25 kilogramos de hidrógeno.
Esto es un consumo de hidrógeno de aproximadamente
el 25% del carbón en peso. El hidrógeno podría sumi-
nistrarse, por ejemplo, por gasificación de vapor de
agua de unos 26 kilogramos adicionales de carbón
25 idealizado (CH_3), y el consumo de una cantidad grande

adicional del carbón, dependiente del procedimiento, como combustible.

5 El objeto de este invento es un procedimiento mejorado para la hidrocarburización de carbón en el que los productos principales comprenden una mezcla de productos tanto gaseosos como líquidos y en el que el procedimiento consume cantidades molestas de hidrógeno que ascienden a aproximadamente 1 a aproximadamente 5% en peso del carbón cargado. Por 10 el término "hidrocarburización", tal como se emplea en toda esta memoria, se quiere significar una pirólisis o carbonización en una atmósfera rica en hidrógeno bajo condiciones tales que ocurra una reacción significativa de hidrógeno con carbón y/o carbón que parcialmente ha reaccionado y/o productos 15 de reacción volátiles de carbón.

El procedimiento de hidrocarburización de este invento proporciona un control mejorado sobre el rendimiento, calidad y distribución del 20 producto. Aunque la distribución de producto entre el gas, el líquido y el residuo carbonoso sólido es en cierto grado función de la naturaleza del carbón particular cargado, el modelo puede alterarse considerablemente por la variación de las condiciones 25 de reacción tales como la presión, la temperatura, el

tiempo de permanencia y el tipo de operación de recirculación utilizada. Además, independientemente del rendimiento la producción y/o la distribución, como resultado de la hidrocarburización, los productos finales son también más estables que los obtenidos del mismo carbón por pirólisis.

El procedimiento de este invento es un procedimiento de hidrocarburización mejorado en el que el producto principal, que asciende hasta aproximadamente 5 a 10% en peso del carbón cargado, consiste en compuestos fenólicos valiosos. Además, la relación de compuestos fenólicos y otros productos líquidos a la cantidad de hidrógeno consumida es considerablemente más elevada que la de los procedimientos de la técnica anterior, dando como resultado, por primera vez, un método económicamente atractivo para obtener productos químicos, particularmente compuestos fenólicos a partir de carbón. Además, cuando se desean productos líquidos y combustibles, el procedimiento de hidrocarburización de este invento también proporciona una relación de productos líquidos y gaseosos combustibles comparada con la cantidad de hidrógeno consumida que es considerablemente más elevada que la de los procedimientos de la técnica anterior, dando como resultado un procedimiento

económicamente atractivo para convertir carbón en productos combustibles líquidos y gaseosos.

Además, la cantidad de carbón desvolatilizado se reduce desde 70-75% hasta menos del 60%,
5 y frecuentemente hasta tan poco como el 30% del carbón cargado. Más significativamente, el control mejorado sobre el rendimiento, calidad y distribución de productos en el procedimiento de hidrocarburización de este invento lo hace particularmente adapta-
10 ble e integrable en un procedimiento equilibrado esencialmente de modo interno. La conversión a productos líquidos y gaseosos puede controlarse para producir una cantidad de carbón desvolatilizado justamente suficiente para satisfacer otras necesidades
15 de soporte, tales como la producción de hidrógeno, combustible de instalación y requerimientos diversos de alta energía y de alto nivel.

El procedimiento de este invento, en su aspecto más amplio, comprende alimentar continuamente
20 carbón en partículas y un gas exento de oxígeno y que contiene hidrógeno a una zona de hidrocarburización bajo condiciones relativamente suaves de temperatura y presión para convertir dicho carbón en un vapor y un carbón desvolatilizado sólido y retirar continuamente
25 los vapores y el carbón desvolatilizado de la

zona de hidrocarburización. En este procedimiento, existe un movimiento continuo de los sólidos en el lecho fluidizado en toda la zona de hidrocarburización, siendo la composición de sólidos en el lecho

5 aproximadamente la del carbón desvolatilizado.

El procedimiento de este invento, en sus aspectos más amplios, comprende también fluidizar continuamente un flujo en fase densa de partículas de carbón en una forma finamente dividida; precalentar

10 las partículas fluidizadas en una atmósfera esencialmente exenta de oxígeno hasta una temperatura inferior al intervalo en el que se desarrolla plasticidad superficial o pegajosidad; introduciendo las partículas calentadas en el fondo de una zona de hidrocar-

15 burización a una elevada velocidad; fluidizar el carbón, el carbón que ha reaccionado parcialmente y las partículas de carbón desvolatilizado en forma de lecho fluidizado en la zona con un gas exento de oxígeno y que contiene hidrógeno; hacer reaccionar las

20 partículas de carbón con hidrógeno bajo condiciones relativamente suaves de temperatura y presión para convertir las partículas de carbón en un vapor y un carbón desvolatilizado sólido; y retirar continuamente los vapores y el carbón desvolatilizado de la zona

25 de hidrocarburización. En este procedimiento también,

existe un movimiento continuo de los sólidos en el lecho fluidizado en toda la zona de hidrocarburización, siendo la composición de los sólidos en el lecho aproximadamente la del carbón desvolatilizado.

5 Los productos de reacción son gases hidrocarbonados, principalmente saturados, gases no hidrocarbonados, principalmente monóxido de carbono y dióxido de carbono, líquidos hidrocarbonados ligeros, alquitrán, agua y carbón desvolatilizado. Los

10 productos de reacción alquitranosos contienen concentraciones elevadas de compuestos fenólicos, hidrocarburos aromáticos y precursores, y componentes o precursores de gasolina. Cuando sea deseable, los

15 productos de reacción alquitranosos son fácilmente convertibles en productos combustibles hidrocarbonados por métodos bien conocidos para los expertos en la técnica, tal como el tratamiento con hidrógeno. Los rendimientos de alquitrán en este procedimiento

20 de hidrocarburización son al menos aproximadamente el doble de los de la carburización en ausencia de hidrógeno. Además, los rendimientos de alquitrán pueden ser controlados en un intervalo variando las

 condiciones de reacción tales como el tiempo, la presión y la temperatura.

25 Se ha descubierto que la exposición del

carbón a condiciones oxidantes durante las diversas fases de la operación reduce los rendimientos de alquitrán por la hidrocarburización del carbón. Con el fin de hacer máxima la producción de materiales fenólicos a partir de carbón, deben emplearse condiciones no oxidantes o sustancialmente no oxidantes en todas las fases de la operación, tales como durante la extracción de la mina, el transporte, el almacenamiento, la preparación y reacción del carbón empleado especialmente cuando se usan carbones de calidades más baja, tales como los carbones sub-bituminosos, particularmente los de tipo no aglomerante, especialmente los tipos tales como el sub-bituminoso C y los carbones de calidad más inferior tales como los carbones ligníticos. En general, por tanto, deben emplearse sustancialmente condiciones no oxidantes en la extracción de la mina, el transporte, el almacenamiento, la preparación y el procedimiento propiamente dicho cuando es deseable hacer máximo los rendimientos de alquitrán. Por otra parte, se reconoce que una preoxidación limitada puede ser beneficiosa para reducir la tendencia aglomerante de ciertos otros carbones tales como por ejemplo, los carbones bituminosos A de alto contenido en volátiles, y aglomerantes. En este caso, existe un compromiso entre

las pérdidas de productos deseables y la aglomeración reducida.

El carbón ha sido clasificado de acuerdo con la calidad como se describe en la Tabla A siguiente:

5

10

15

20

25

TABLA A. Clasificación de carbones por su calidad.^a

(Leyenda: C.F. = carbono fijado; M.V. = materia volátil;

Clase	Grupo	Límites de carbono fijado o kilocalorías, base libre de ceniza
I. Antracita	1. Meta-antracita	C.F. seco, 98% o más (M.V. seca, 2% o menos)
	2. Antracita	C.F. seco, 92% o más y menos de 98% (M.V. seca, 8% o menos y más del 2%)
	3. Semiantracita ^b	C.F. seco, 86% más y menos de 92% (M.V. seca, 14% o menos y más del 8%)
II. Bituminosos ^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 del 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 del 22%).
	3. Carbón bituminoso A de alto contenido de volátiles	C.F. seca, menos del 69% (M.V. seca, más del 31%)
	4. Carbón bituminoso B de alto contenido de volátiles	Kilocalorías húmedas ^c , 3276 o más y menos de 3528
	5. Carbón bituminoso C de alto contenido de volátiles	Kilocalorías húmedas 2772 o más y menos de 3276.
III. Sub-bituminosos	1. Carbón sub-bituminoso A.	Kilocalorías húmedas, 2772 o más y menos de 3276.
	2. Carbón sub-bituminoso B.	Kilocalorías húmedas 2394 o más y menos de 2772.
	3. Carbón sub-bituminoso C.	Kilocalorías húmedas 2092 o más y menos de 2394.
IV. Lignítico	1. Lignito	Kilocalorías húmedas, menos de 2092.
	2. Carbón pardo	Kilocalorías húmedas, menos de 2092.

- 5
- a - Esta clasificación no incluye unos pocos carbones que tienen propiedades físicas y químicas no usuales y que entran dentro de los límites de carbono fijado o kilocalorías de las calidades bituminosas de alto contenido de volátiles y sub-bituminosas. Todos estos carbones contienen menos de 40% de humedad y carbono fijado exento de cenizas o tienen más de 3906 kilocalorías húmedas, exentas de ceniza.
- 10
- b - Si es aglomerante, se clasifica en el grupo de bajo contenido de volátiles de la clase de los bituminosos.
- 15
- c - Las kilocalorías húmedas se refieren a carbón que contiene su humedad de lecho natural pero sin incluir el agua visible sobre la superficie del carbón.
- d - Se reconoce que puede haber variedades no apelmazantes en cada grupo de la clase bituminosa.
- 20
- e - Los carbones que tienen 69% o más de carbono fijado sobre una base exenta de materia mineral seca serán clasificados de acuerdo con el contenido de carbono fijado independientemente de las kilocalorías.
- 25
- f - Hay tres variedades de carbón en el grupo del carbón bituminoso C de alto contenido de voláti-

les, esto es, la Variedad 1 no aglomerante y no alterable por agentes atmosféricos; La Variedad 2 aglomerante y alterable por agentes atmosféricos; y la Variedad 3 no aglomerante y no alterable por agentes atmosféricos.

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

Haciendo referencia a la Tabla A anterior, los carbones preferidos cuando es deseable hacer máximo el rendimiento de productos de reacción alquitranosos cuantitativamente, tales como compuestos fenólicos de acuerdo con el procedimiento de este invento, comprenden los carbones clasificados como más inferiores, las clases no aglomerantes, sub-bituminosas y ligníticas, III y IV.

Con fines de definición, las condiciones no oxidantes tal como se usan para describir y reivindicar el invento se refieren a cualquier condición de extracción de la mina, transporte, almacenamiento, secado y reacción de los carbones, especialmente los carbones preferidos de acuerdo con este invento, los carbones de clasificación más inferior, que permite entre 80 a aproximadamente 99%, especialmente aproximadamente 90 a 99 y preferiblemente alrededor de 95 a aproximadamente 99% de producción máxima de compuestos fenólicos o productos de reacción alquitranosos en ge-

neral, empleando las otras condiciones de reacción enumeradas y reivindicadas de acuerdo con este invento. La recuperación o fabricación máxima de compuestos fenólicos u otros productos de reacción alquitranosos tales como los hidrocarburos aromáticos y precursores de gasolinas, empleando las condiciones de reacción del presente invento, está basada en los compuestos fenólicos u otros productos de reacción alquitranosos recuperados del carbón especialmente los carbones preferidos del presente invento, los carbones de clasificación más inferior, que en ningún momento están expuestos o sustancialmente expuestos al aire u otras condiciones de oxidación antes de la hidrocarburización.

El carbón empleado en el procedimiento de este invento puede ser cualquier carbón que es no aglomerante bajo las condiciones del proceso, tales como los lignitos, los carbones sub-bituminosos C y similares. Los carbones no aglomerantes preferidos son aquellos que contienen al menos 15% de oxígeno, y preferiblemente 18 a 25% de oxígeno sobre una base libre de humedad y cenizas, en lo sucesivo abreviadamente LHC.

Los carbones ligera a moderadamente aglomerantes pueden emplearse en el procedimiento de este

invento sin una etapa de tratamiento previo separada
incorporada para impedir la aglomeración de las par-
tículas de carbón en la zona de hidrocarburización
en lecho fluido. Ordinariamente, tal tratamiento pre-
vio sería necesario en un proceso de hidrocarburiza-
ción en continuo, puesto que incluso aquellos carbo-
nes considerados como no aglomerantes, tales como los
lignitos o carbones procedentes de ciertas cuencas
sub-bituminosas son susceptibles de aglomeración y
tienden a llegar a ser pegajosos en una atmósfera ri-
ca en hidrógeno. Además, se sabe que los materiales
líquidos pesados de alimentación a la zona de hidro-
carburización en lecho fluido causan una desfluidi-
zación del lecho debido a la aglomeración de partícu-
las y obstrucción. Tales materiales líquidos pesados
pueden recircularse como productos de alquitrán pe-
sados para ser convertidos en productos de peso mole-
cular inferior, líquidos ligeros y gases. O pueden
ser líquidos pesados de una fuente externa que han
sido añadidos para enriquecer el gas normal y/o el
producto líquido o como medio de desecho de residuos.
Sin embargo, de acuerdo con el procedimiento de este
invento, una etapa de tratamiento previo separada no
es necesaria para la manipulación de materiales de
alimentación ligera a moderadamente aglomerantes.

Tales materiales de alimentación pueden incluir los carbones de clasificación inferior tales como los lignitos y los carbones sub-bituminosos C, incluso algunos carbones bituminosos moderadamente aglomerantes y también líquidos de producto de recirculación. Los carbones preferidos que pueden emplearse de acuerdo con el procedimiento de este invento sin ninguna etapa de tratamiento previo, incorporada para impedir la aglomeración comprenden los carbones clasificados como de calidad más baja, las clases no aglomerantes, de los sub-bituminosos y los ligníticos, III y IV de la Tabla A anterior, los carbones bituminosos "no apelmazantes" citados en la Tabla A y unos pocos carbones moderadamente aglomerantes o apelmazantes.

Muchos carbones altamente aglomerantes, tales como la mayoría de los carbones bituminosos, son fuertemente aglomerantes en una atmósfera de hidrógeno. Dichos carbones no pueden ser manejados convencionalmente incluso con una etapa de tratamiento previo. Estos carbones pueden ahora ser manipulados sin un grado perjudicial de desfluidización mediante el procedimiento de este invento solo, o en combinación con una etapa de tratamiento previo, si es necesario. Si es necesaria la etapa de tratamiento

previo, las necesidades para el tratamiento previo son más suaves y menos costosas. Por ejemplo, incluso después de un tratamiento previo convencional pesado, el empleo de un carbón altamente aglomerante tal como el carbón de la cuenca de Pittsburgh, en un procedimiento de hidrocarburización, presenta el problema de la aglomeración que ocurre en la zona de hidrocarburización en lecho fluido. Sin embargo, es beneficioso emplear el procedimiento de este invento para superar este problema de aglomeración.

Los expertos en la técnica reconocerán que pueden aplicarse cualquier número de etapas de tratamiento previo adecuadas en combinación con el procedimiento de este invento para la manipulación de carbones que o bien son altamente aglomerantes o bien son altamente aglomerantes en una atmósfera rica en hidrógeno. Estas etapas de tratamiento previo incluyen, por ejemplo, pero sin que se esté limitado a ellas, tratamiento previo con productos químicos, tales como oxidación, o mezcla con sólidos inertes tales como carbón desvolatilizado de recirculación. Debe advertirse, sin embargo, que cuando el carbón se somete a un tratamiento previo de tipo de oxidación para impedir la aglomeración en la zona de hidrocarburización, la oxidación del carbón también da como resultado una pérdida

cuantitativa de la cantidad máxima realizable de producto alquitranoso.

Partículas de carbón en estado de partículas pueden emplearse en el procedimiento de este invento. El tamaño del carbón puede ser alrededor de 8 mallas o menos, siendo preferidos tamaños de partículas menores de aproximadamente 20 mallas. No hay necesidad de separar las partículas muy finas, pero es deseable reducirlas al mínimo por una selección apropiada del procedimiento de molienda.

De acuerdo con el procedimiento mejorado de este invento, las partículas de carbón son calentadas previamente antes de entrar en la zona de hidrocarburización. Las partículas de carbón están en un flujo en fase densa. Por "fase densa" tal como se emplea en toda esta memoria descriptiva se quiere decir una concentración de sólidos en el gas de fluidización de aproximadamente 80,1 a aproximadamente 720,9 kilogramos de sólidos por metro cúbico de gas, más típicamente desde aproximadamente 240,3 kilogramos hasta aproximadamente 640,8 kilogramos de sólidos por metro cúbico de gas. Una fase densa de partículas de carbón debe distinguirse de la fase diluida en que la concentración de sólidos en el gas de fluidización es típicamente desde apro-

ximadamente 16,02 kilogramos a aproximadamente 32,04 kilogramos de sólidos por metro cúbico de gas. En los procedimientos de conversión de carbón que emplean un flujo en fase diluida de partículas de carbón, las etapas de precalentamiento han implicado generalmente hacer pasar las partículas de carbón alrededor de tuberías calientes o emplear grandes cantidades de gases calientes para impartir calor a las partículas de carbón directamente. La transferencia de calor indirecta en los procedimientos de conversión de carbón que emplean un flujo en fase diluida de partículas de carbón es antieconómica e impráctica debido a los inherentemente deficientes coeficientes de transferencia de calor de las tuberías en el flujo en fase diluida, aproximadamente 0,57 a aproximadamente 1,14 milivatios por centímetro cuadrado de área superficial interior de la tubería y por °C. Sin embargo, se ha encontrado que un flujo en fase densa de partículas de carbón puede ser precalentado conveniente y económicamente por medio de transferencia de calor indirecta.

En el procedimiento de hidrocarburización de este invento, el flujo de partículas de carbón en fase densa proporciona los beneficios siguientes. La cantidad de carbón transferida y calentada por

unidad de superficie de la sección transversal de la tubería no solamente supera la que se obtendría en flujo en fase diluida sino que también emplea menos energía. 0,028 metros cúbicos de gas transportan 5 15 a 30 veces más partículas de carbón de flujo de fase densa que en flujo en fase diluida. El empleo de una cantidad relativamente pequeña de gas de transporte en el flujo en fase densa puede ser ex- tremadamente beneficioso aguas abajo, si, por ejemplo, 10 se emplea como gas transportador gas de chimenea o nitrógeno gaseoso. Grandes cantidades de gas transportador distinto de los gases ricos en hidrógeno o gas de circulación son indeseables en la zona de hidrocarburización en lecho fluido y deben separarse 15 de las partículas de carbón antes de entrar en el lecho fluido por un equipo adecuado tal como un separador de ciclón o un dispositivo similar. Además, si se desea tal separación, en fase densa las partículas de carbón son separadas más fácilmente del gas trans- 20 portador antes de entrar en la zona de hidrocarburi- zación en lecho fluido. También, las necesidades de energía son intrínsecamente más pequeñas en el flujo en fase densa debido a las velocidades inferiores del gas portador. En el flujo en fase diluida, la veloci- 25 dad lineal de los gases portadores está entre 15,2 y

30,4 metros por segundo para impedir que las partículas de carbón arrastradas se sedimenten en las tuberías. Sin embargo, en el flujo en fase densa, la velocidad líneal de los gases portadores puede ser aproximadamente 6 metros por segundo y mantener un flujo estacionario en las tuberías.

De acuerdo con el procedimiento de este invento, se precalienta un flujo de partículas de carbón en fase densa por medio de transferencia de calor indirecta hasta una temperatura de aproximadamente 420°C. Por ejemplo, una fase densa de partículas de carbón puede hacerse circular a través de una multiplicidad de tuberías paralelas que se calientan externamente. El coeficiente de transferencia de calor de la tubería se ha encontrado que es aproximado al encontrado en la transferencia de calor a través de las paredes de un lecho fluido, alrededor de 11,4 a aproximadamente 22,8 milivatios por centímetro cuadrado de área superficial interior y por °C. Las tuberías calentadas externamente a través de las cuales pasan las partículas de carbón son calentadas hasta una temperatura predeterminada suficiente para elevar la temperatura de la fase densa de partículas de carbón hasta una temperatura de aproximadamente 400°C al salir de las tuberías calentadas externamente.

El objeto de precalentar el carbón es para satisfacer parcialmente la demanda de entalpía de la reacción de hidrocarburización de tipo adiabático. Se suministra calor adicional por el calor de reacción y por el calor previo añadido a los gases del proceso. La demanda de entalpía consta del calor requerido para elevar la temperatura del carbón y el gas del proceso desde su valor inicial hasta la temperatura de reacción más las pequeñas pérdidas de calor. La temperatura real a la cual debe precalentarse la alimentación de carbón, es, por consiguiente, función del calor previo añadido a los gases del proceso, y en el extremo puede ser la temperatura ambiente, es decir, calor previo igual a cero.

Después de ser precalentado a la temperatura deseada, el flujo en fase densa de partículas de carbón se hace reaccionar con hidrógeno en una zona de hidrocarburización en lecho fluido. Tanto los carbones de tipo aglomerante como no aglomerante pueden emplearse en el procedimiento continuo de este invento sin desfluidización del lecho fluido y problemas del tipo de obstrucción. La aglomeración de las partículas de carbón en un lecho fluido puede ser impedida sustancialmente introduciendo partículas de carbón sólidas en la zona de hidrocarbu-

rización en lecho fluido a una velocidad elevada.

Las partículas de carbón, especialmente los carbones apelmazantes, susceptibles de hincharse o aglomerantes llegan a ser pegajosas cuando se calientan en una atmósfera rica en hidrógeno. Incluso los carbones no apelmazantes, no hinchables y no aglomerantes llegan a ser pegajosos cuando se calientan en tal atmósfera. Las partículas de carbón empiezan a ser pegajosas a temperaturas del intervalo de aproximadamente 350°C a aproximadamente 500°C, dependiendo de las propiedades específicas del carbón, la atmósfera y la velocidad de calentamiento. La pegajosidad resulta debido al material alquitranoso o similar a plástico que se forma en la superficie de cada partícula de carbón o cerca de ella, por un procedimiento de fusión o de descomposición parcial. Al proseguir el calentamiento durante un período de tiempo, el material alquitranoso o similar a plástico se transforma adicionalmente en un material sólido sustancialmente poroso denominado "carbón desvolatilizado". La duración de este período de tiempo, generalmente de orden de minutos, depende de la temperatura real de calentamiento y es más corta a medida que aumenta la temperatura. Por "transformación plástica" tal como se emplea en toda esta memoria descriptiva

se quiere decir el procedimiento descrito en lo que
antecede en el que las superficies de las partículas
de carbón que se calientan, particularmente cuando
se calientan en una atmósfera de hidrógeno, desarro-
5 llan pegajosidad y se transforman en superficies no
pegajosas de carbón desvolatilizado sustancialmente
sólido. La "transformación plástica", es experimenta-
da tanto por los carbones normalmente aglomerantes co-
mo por los carbones que pueden desarrollar una super-
10 ficie pegajosa solamente en una atmósfera rica en hi-
drógeno.

Los carbones aglomerantes o apelmazantes
se ablandan parcialmente y llegan a ser pegajosos
cuando se calientan a temperaturas comprendidas en-
15 tre alrededor de 350°C hasta alrededor de 500°C duran-
te un período de minutos. Los componentes de las par-
tículas de carbón se ablandan y se desprende gas de-
bido a la descomposición. Las partículas de carbón
pegajosas que experimentan transformación plástica
20 tienden a adherirse a la mayoría de las superficies
con las que entran en contacto tales como las paredes
o tabiques del reactor, particularmente a las paredes
o tabiques relativamente fríos. Sin embargo, el con-
tacto con otras partículas pegajosas mientras experi-
25 mentan la transformación plástica da como resultado el

5 crecimiento de partículas gruesas por adherencia de las partículas pegajosas unas con las otras. La formación y crecimiento de estos aglomerados interfiere de un modo drástico con el mantenimiento de un lecho fluido y el crecimiento importante usualmente hace imposible mantener la fluidización.

10 En particular, los orificios de entrada y las placas de distribución de gases del equipo utilizado en los procedimientos de conversión de carbón en lecho fluido llegan a quedar obturados total o parcialmente. Además, incluso si la obturación no es amplia, las partículas pegajosas tienden a adherirse a las paredes del recipiente en el cual se realiza la operación. El crecimiento continuado de partículas gruesas y la formación de aglomerados y puentes de 15 varias partículas interfiere con la operación suave y frecuentemente da como resultado la detención completa de la operación.

20 La aglomeración de partículas de carbón por calentamiento depende de las condiciones de operación, tales como la velocidad de calentamiento, la temperatura final alcanzada, la composición del gas ambiente, el tipo de carbón, el tamaño de las partículas y la presión total. Cuando se calientan en una 25 atmósfera de hidrógeno, incluso carbones no aglomeran-

tes, tales como los lignitos o carbones procedentes de ciertas cuencas sub-bituminosas, son susceptibles de aglomeración, y tienden a llegar a ser pegajosos en una atmósfera de hidrógeno. Por tanto, la aglomeración de las partículas de carbón se ac
5 túa en un reactor de hidrocarburación en el que el calentamiento en presencia de un gas rico en hidrógeno favorece realmente la formación de una superficie pegajosa sobre las partículas de carbón que
10 han reaccionado.

En la solicitud de patente española nº 443.885 presentada el mismo día que la presente, a nombre de la firma solicitante, cuyos inventores son C.V. Albright y H. G. Davis, se piensa que la
15 aglomeración de un lecho fluidizado puede ser impedida sustancialmente introduciendo partículas de carbón sólido en una zona de reacción de lecho fluidizado a una velocidad elevada. El lecho fluido se mantiene convencionalmente haciendo pasar un medio
20 de fluidización a través de las partículas sólidas finamente divididas. La "velocidad de introducción" tal como se emplea en toda la memoria descriptiva significa la velocidad del gas portador a través
25 de un dispositivo que hace que la velocidad de los

sólidos o el líquido se aproxime a la relación teórica máxima a la velocidad del gas, es decir 1 a 1. Mediante una elevada velocidad se quiere decir una velocidad suficiente para dispersar rápida y uniformemente las partículas de carbón de nuevo aporte que entran en el lecho fluido a una temperatura inferior a la temperatura de transformación plástica dentro de una matriz de partículas no aglomerantes en el lecho fluido. Las partículas no aglomerantes son preferentemente las partículas de carbón calientes que parcialmente han reaccionado, y partículas de carbón desvolatilizado situadas dentro de la zona de reacción en lecho fluido. Debido a la diferencia de temperatura entre las partículas de carbón entrantes y la zona de reacción, las partículas entrantes tienden a aglomerarse a medida que se transfiere calor desde la zona de reacción a las partículas de carbón entrante. Sin embargo, se ha encontrado que cuando se introduce en el lecho fluido a una elevada velocidad, las partículas de carbón entrante se dispersan rápida y uniformemente dentro de una matriz de partículas no aglomerantes en el interior del lecho fluido antes de ser calentadas hasta el intervalo de temperatura de transformación plástica.

Mediante este procedimiento, las partículas

de carbón entrante, pegajosas o potencialmente pegajosas se distribuyen rápidamente y se ponen en asociación íntima con las partículas calientes no pegajosas situadas en el interior de la zona de reacción en lecho fluido. Las partículas entrantes no se adhieren sustancialmente a las superficies coquizadas de estas partículas calientes no aglomerantes que han pasado a través del intervalo de temperatura de transformación plástica o son inherentemente no aglomerantes. Las partículas no aglomerantes calientes a la temperatura del lecho transfieren rápidamente calor a las partículas de carbón entrante, haciéndolas atravesar rápidamente el intervalo de temperatura de transformación plástica sin ponerse en contacto previamente con números significativos de las otras partículas de carbón pegajosas.

Un régimen de velocidad útil en el método de este invento puede obtenerse por cualquier medio adecuado. Por ejemplo, puede emplearse un orificio de entrada estrecho o cualquier otro medio de entrada que estrangule o reduzca la sección de la superficie transversal del conducto de paso en la entrada en donde las partículas de carbón de nuevo aporte entran en el reactor para acelerar las partículas de carbón a una elevada velocidad. Además,

el gas del procedimiento puede añadirse físicamente a la corriente fluidizada del carbón de nuevo aporte en un punto anterior a donde la corriente fluidizada entra en la zona de reacción. La adición de gas de proceso incrementa el caudal de la corriente fluidizada y por tanto la velocidad de las partículas de carbón. Debe emplearse una cantidad de gas de proceso suficiente para conseguir la velocidad de entrada deseada de las partículas de carbón.

10 Puesto que las partículas de carbón fluidizadas son transportadas a través de tuberías en un flujo en fase densa, usualmente son innecesarios e indeseables caudales de elevada velocidad debido a las características abrasivas del carbón. Un flujo en fase densa de elevada velocidad de partículas de carbón en todas las tuberías hubiera requerido que se instalaran a lo largo de las tuberías placas de desgaste para controlar el régimen de erosión rápido de las tuberías, siendo tales placas de desgaste un factor de gasto indeseable. Sin embargo, de acuerdo con el presente invento, solamente una pequeña área superficial estará expuesta al desgaste abrasivo y esta parte puede ser reemplazada fácil y económicamente con poco o ningún tiempo de parada del sistema.

15

20

25

Manteniendo la distancia de transporte entre el alimentador y el reactor en un mínimo, puede emplearse un flujo en fase diluida a alta velocidad o en fase diluida intermedia en la tubería o tuberías que unen el alimentador y el reactor. El desgaste creciente y/o la necesidad de un material resistente al desgaste es compensada por la mayor separación y dilución de las partículas de carbón en la introducción en el reactor a una elevada velocidad. Esto contribuye adicionalmente a evitar la aglomeración.

Por ejemplo, pueden emplearse en este invento preferentemente medios de entrada que comprenden un material que tiene una superficie resistente al desgaste, como medios para aumentar la velocidad de las partículas de carbón que entran en la zona de reacción y como medios de controlar el modo de entrada, es decir, en una corriente sólida o en una distribución uniforme a modo de ventilador. El empleo de tales medios de entrada alarga el tiempo de desgaste de la superficie expuesta al régimen elevado de erosión causada por el flujo a elevada velocidad de las partículas de carbón.

Las superficies resistentes al desgaste adecuadas estarían compuestas de materiales tales como

carburo de wolframio, carburo de silicio u otros ma-
teriales resistentes al desgaste conocidos en la
técnica en cualquier combinación o mezcla de los
mismos. Por claridad y con fines ilustrativos sola-
5 mente, la descripción de este invento se dirigirá
principalmente al empleo de carburo de wolframio co-
mo superficie resistente al desgaste del material
que reduce la erosión en las tuberías, aunque pueden
emplearse de acuerdo con este invento y con éxito
10 cualesquier número de materiales resistentes al des-
gaste.

Unos medios de entrada tales como una
tobera que comprende una tubería de transferencia
que tiene una superficie de sección transversal re-
15 ducida o constreñida pueden emplearse en el método
de este invento. La relación de longitud a super-
ficie de la sección transversal de la tobera debe
ser suficientemente grande de modo que pueda con-
seguirse la velocidad deseada de inyección para
20 las partículas de carbón sólidas o el aceite de re-
circulación no vaporizable. Una relación de longi-
tud a superficie de la sección transversal de esta
sección de la tubería de transferencia, mayor de
aproximadamente 5 a 1 es deseable, siendo preferi-
25 ble mayor de aproximadamente 10 a 1, y más preferi-

ble aún mayor de aproximadamente 20 a 1. Esto permite para una distancia finita que las partículas de carbón y/o el aceite de recirculación no vaporizable requieran la aceleración hasta la velocidad que se aproxima a la del gas portador.

De acuerdo con este invento, es preferible introducir una corriente fluidizada de partículas de carbón en el extremo inferior de una zona de hidrocarburización en lecho fluido. Más preferiblemente las partículas se introducen en el reactor de hidrocarburización a través de al menos una entrada en el reactor en una dirección verticalmente ascendente. La entrada está situada sustancialmente en la proximidad del eje vertical en el fondo del reactor o cerca de dicho fondo. Las partículas de carbón se introducen a una velocidad suficiente para mezclar, el carbón de nuevo aporte que tiene una temperatura inferior a la temperatura de transformación plástica, rápidamente con las partículas no aglomerantes tales como el carbón que ha reaccionado parcialmente y las partículas de carbón desvolatilizado en la zona de reacción a la temperatura de reacción con lo cual se impide sustancialmente la aglomeración del lecho fluido.

En el reactor que preferiblemente es sus-

tancialmente vertical, la circulación natural de las partículas de carbón dentro de la zona de hidrocarburización de lecho fluido es una estructura de flujo compleja. Sin embargo, puede describirse aproximadamente dividiendo la zona de hidrocarburización en dos sub-zonas concéntricas, una sub-zona interior y una sub-zona exterior que rodea a las sub-zonas interiores.

En la sub-zona interior que está situada sustancialmente dentro de la parte axialmente central del reactor, el flujo de partículas de carbón es generalmente en una trayectoria ascendente. En la sub-zona exterior, que está situada sustancialmente cerca de las paredes del reactor, el flujo de las partículas de carbón es en una trayectoria generalmente descendente. Las ventajas de introducir las partículas de carbón en el lecho fluido del reactor en una dirección esencial y verticalmente ascendente son que se mejora la circulación natural de las partículas de carbón en el lecho fluido y las partículas de carbón consiguen al menos el tiempo de permanencia mínimo. La introducción de partículas de carbón en el lecho fluido del reactor favorece la circulación en canales de las partículas dentro de la zona de hidrocarburización a lo largo de la trayecto-

ria de circulación natural. Los remolinos de circulación, son por tanto mejorados y favorecen la dispersión de las partículas de carbón entrante dentro de la zona de hidrocarburización en lecho fluido. Además, cuando se introducen de este modo, las partículas de carbón son aseguradas de no pegarse inmediatamente y directamente a los lados del recipiente en el que ocurre la hidrocarburización, el resultado de lo cual conduciría a una aglomeración innecesaria e indeseable.

Las partículas de carbón fluidizadas deben introducirse en esta sub-zona interior, la zona de flujo ascendente central dentro del reactor. La zona de flujo ascendente central se extiende radialmente desde el eje vertical del reactor hasta una superficie en la que comienza la sub-zona exterior, la zona de flujo descendente periférico. Es esencial que las partículas de carbón sean introducidas en la zona de flujo ascendente central con el fin de evitar que se pequen a las paredes del reactor o que entren en la zona de flujo descendente periférica. Preferiblemente, las partículas de carbón se introducen a través de la base o fondo del reactor en una o más entradas situadas en la proximidad del punto en el que el eje vertical del reactor interseca con la base del reactor.

tor.

Se ha descubierto que introduciendo una corriente fluidizada de partículas de carbón en una zona de hidrocarburización en lecho fluido en fase densa a una velocidad de más de aproximadamente 5 metros por segundo del modo descrito en lo que antecede se impide sustancialmente la aglomeración o apelmazamiento del lecho fluido. Cuando se emplea una velocidad de inyección inferior, por ejemplo, 10 aproximadamente 30,4 metros por segundo, no se impide la aglomeración del lecho fluido. Con el fin de impedir sustancialmente la aglomeración en la zona de hidrocarburización en lecho fluido, el carbón debe introducirse a una elevada velocidad en la zona 15 en una corriente de alta velocidad, es decir, a una velocidad mayor de aproximadamente 61 metros por segundo, y preferiblemente más de aproximadamente 122 metros por segundo del modo descrito en lo que antecede.

20 La zona de hidrocarburización se mantiene a una temperatura media de aproximadamente 480°C hasta aproximadamente 600°C por métodos de calentamiento conocidos. Preferiblemente, se emplea una combinación de precalentamiento y calor de reacción 25 para mantener la zona de hidrocarburización adiabáti-

camente a estas temperaturas. Aunque puede emplearse cualquier fuente conveniente de calor, se ha encontrado que, cuando el carbón alimentado se precalienta en el intervalo de aproximadamente 250°C a aproximadamente 300°C, preferiblemente entre aproximadamente 250°C y aproximadamente 420°C, el calor exotérmico de la reacción en la zona de hidrocarburoización es suficiente para mantener la temperatura de reacción deseada. También es deseable precalentar similarmente el gas del proceso. Aunque pueden emplearse temperaturas menores de 480°C, generalmente no son deseables debido a que la velocidad de reacción del carbón con el hidrógeno es demasiado lenta para un proceso práctico. La temperatura no debe exceder de aproximadamente 600°C, sin embargo, a temperaturas más elevadas que éstas, ocurren graves reacciones perjudiciales incluso durante los tiempos de permanencia mínimos practicables en la clase de reacción descrita. El oxígeno se convierte más completamente en agua y óxidos de carbono, los productos líquidos pesados se convierten en coque y líquidos más ligeros y gases, y aumenta el consumo de hidrógeno.

La temperatura de reacción puede controlarse en un punto deseado dentro del intervalo de operación de 480-600°C por elección de las condiciones de

precalentamiento y el control de las mismas. Las temperaturas en el intervalo de 520-500°C son las preferidas.

5 El gas empleado puede ser hidrógeno puro o hidrógeno mezclado con un gas inerte tal como nitrógeno o similar. Para los fines de esta reacción, los gases de recirculación tales como metano y etano pueden ser considerados como esencialmente inertes. Sin embargo, la presión parcial de hidrógeno en
10 la zona de hidrocarburización debe ser entre aproximadamente 7 kg/cm² y aproximadamente 84 kg/cm². A una presión parcial de menos de 7 kg/cm² la velocidad de reacción con el carbón es demasiado lenta y a presiones parciales mayores de 84 kg/cm² la cantidad de hidrógeno consumido es demasiado grande para
15 un proceso económico y las dificultades en evitar la aglomeración llegan a ser demasiado grandes para un procedimiento práctico y económico. Las presiones parciales de hidrógeno de aproximadamente 21 a aproximadamente 35 kg/cm² son las preferidas y desde
20 aproximadamente 14 a aproximadamente 56 kg/cm² son deseables. Por la expresión "presión parcial de hidrógeno", tal como se emplea en la presente memoria descriptiva y reivindicaciones, se quiere decir la
25 media de la media logarítmica de la presión parcial

de hidrógeno en las corrientes de alimentación y del gas producido.

El carbón, cuando se alimenta a la zona de hidrocarburización, se hidrocarburiza rápidamente, dejando un carbón desvolatilizado en partículas sólido en el lecho, que luego se retira del lecho. El carbón se alimenta a una velocidad tal que el tiempo de permanencia medio de los sólidos en la zona de hidrocarburización es desde aproximadamente 1 a 30 minutos, preferiblemente 3 a 12 minutos, y puede ser desde aproximadamente 5 a aproximadamente 60 minutos, más preferiblemente aproximadamente 8 a aproximadamente 30 minutos. Por la expresión "tiempo de permanencia de sólidos" tal como se emplea en la memoria descriptiva se quiere decir el tiempo necesario para llenar la zona de reacción vacía con carbón de reacción. Se calcula multiplicando el volumen de la zona de reacción por la densidad del lecho fluido de carbón por unidad de volumen típicamente, 480,6 a 608,7 kg/m³, y dividiendo esto por el caudal de alimentación de carbón.

En la zona de hidrocarburización, el carbón se convierte en un gas rico en hidrocarburos, en aceite y en carbón desvolatilizado en proporciones que pueden variar con la variación de la temperatura,

el tiempo y la presión. Preferiblemente, el rendimiento en carbón desvolatilizado es la cantidad mínima suficiente para obtener hidrógeno y combustible para la instalación. El carbón desvolatilizado obtenido que de caer a través de una tubería de rebose hasta colectores calientes provistos de válvula, que pueden ser despresurizados y descargados intermitentemente. El carbón desvolatilizado arrastrado puede separarse del vapor de cabeza por ciclones o dispositivos similares y devolverse al lecho. El aceite, el agua y los productos gaseosos pueden separarse por métodos bien conocidos en la técnica tales como la condensación por etapas y similares.

Como se ha indicado anteriormente, es el objeto de este invento hacer máxima la cantidad de productos líquidos particularmente compuestos fenólicos, incluyendo fenoles, cresoles, xilenoles, atil-fenoles y similares en proporción a la cantidad de hidrógeno consumido. También es el objeto de este invento hacer máxima la cantidad de productos combustibles líquidos y gaseosos en proporción a la cantidad de hidrógeno consumida. Se ha descubierto en este invento que, para obtener estos objetivos, no solamente deben mantenerse las condiciones del proceso dentro de los límites antes descritos, sino que también depen-

18-12-75

den entre sí unas de otras.

5 Esta interdependencia de las condiciones del proceso resulta debido al efecto de cada variable sobre los rendimientos de los productos y el hidrógeno consumido. Por ejemplo, el rendimiento en alquitrán aumenta a medida que aumenta el tiempo, pero tiende a igualarse hasta un límite, que es dependiente de la temperatura y de la presión, por encima de la cual, existe poco o ningún incremento en el rendimiento de alquitrán. Este límite es aproximadamente 10 minutos por encima de 540°C y puede ser, a veces, aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 540°C, pero disminuye a tan poco como 8 minutos a 570°C. El límite preciso variará, naturalmente, dependiendo del carbón particular y de la presión parcial de hidrógeno empleada. Por otro lado, la cantidad de hidrógeno consumido aumenta continuamente con el aumento del tiempo de permanencia. Tanto el rendimiento de alquitrán como la cantidad de hidrógeno consumido aumentan con el aumento de la presión de hidrógeno, aumentando la cantidad de hidrógeno consumido proporcionalmente de un modo más rápido.

15 Pueden obtenerse por selección apropiada de las condiciones de operación otras mezclas de productos deseables. Por ejemplo, puede aumentarse el

rendimiento en gas producido a expensas de un consumo de hidrógeno más alto a un tiempo de permanencia y una presión parcial de hidrógeno constantes. A medida que aumenta la temperatura como se ha descrito anteriormente, aumenta primeramente el rendimiento en líquido, luego alcanza un máximo y finalmente disminuye. El gas producido puede aumentarse a expensas del producto líquido recirculando la totalidad o parte de este último. Por otra parte, en condiciones de operación suaves en las que el consumo de hidrógeno es menor de aproximadamente 2% del peso del carbón LHC, el rendimiento en líquido será alto en comparación con el rendimiento en gas.

La variable que tiene el mayor efecto sobre el rendimiento en alquitrán y compuestos fenólicos por unidad de hidrógeno consumido es la temperatura. En general, el rendimiento de alquitrán aumenta lentamente con la temperatura hasta un máximo, y luego disminuye debido al hidrocraqueo de los componentes del alquitrán para formar gases no condensables y coque. Por otra parte, la cantidad de hidrógeno consumida aumenta muy rápidamente con la temperatura. Además, la cantidad de oxígeno en el carbón desvolatilizado disminuye con la temperatura, y, una vez que el carbón desvolatilizado está empobrecido en oxígeno, la

reacción posterior del carbón desvolatilizado y el hidrógeno no producirán los productos fenólicos deseados. Como resultado, el rendimiento de alquitrán y fenoles por unidad de hidrógeno consumido permanece elevado hasta una temperatura máxima que depende del tiempo de permanencia y de la presión y luego disminuye rápidamente.

Por consiguiente, para hacer máximo el rendimiento de fenoles y alquitrán por unidad de hidrógeno consumido, las variables del proceso deben conformarse a la relación definida por la ecuación:

$$(I) S_H = T(P)^{0,067} (t)^{0,067}$$

en donde S_H es el factor de severidad de la hidrocarburización que tiene un valor de 530 a 640, preferiblemente desde 560 a 630; T es la temperatura de hidrocarburización media en $^{\circ}\text{C}$; P es la presión parcial de hidrógeno media de la media logarítmica en libras por pulgada cuadrada (1 libra por pulgada cuadrada = $0,07 \text{ kg/cm}^2$) dividida por 1.000 y t es el tiempo de permanencia de sólidos en minutos. Cuando se observa esta relación, la relación en peso de compuestos fenólicos que hierven por debajo de 230°C a hidrógeno consumido variará generalmente alrededor

de 3,5 a aproximadamente 5 o superior. Esto es cierto, para las clases preferidas de carbones III y IV. Además, para hacer máximo el rendimiento de productos líquidos totales, el intervalo de operación para S debe ser 550 a 700, preferiblemente 600 a 680.

Muchos productos obtenidos por la hidrocarburización de carbón de acuerdo con este invento son cresoles y otros fenoles sustituidos que pueden ser desalcoholados deseablemente para formar fenol. Aunque la desalcoholación puede efectuarse en una etapa separada de la hidrocarburización, se ha encontrado mediante este invento, que si los vapores producidos por la hidrocarburización son retenidos en el lecho fluidizado durante alrededor de 10 segundos a alrededor de 250 segundos, preferiblemente desde aproximadamente 30 a alrededor de 150 segundos, ocurre una desalcoholación considerable de los fenoles sustituidos. Además se ha encontrado que la presencia del carbón desvolatilizado en el lecho fluidizado actúa como catalizador para la desalcoholación permitiendo un grado de desalcoholación equivalente al obtenido a temperaturas más elevadas en ausencia del carbón desvolatilizado.

Para los resultados óptimos de esta etapa de desalcoholación, se ha encontrado que la tempera-

tura y el tiempo de permanencia del vapor deben adaptarse a la siguiente ecuación:

$$(II) S_c = T(\theta)^{0,048}$$

5

en donde S_c es un factor de severidad de craqueo que tiene un valor de 640 a aproximadamente 750, preferiblemente 650 a 710; T es la temperatura en $^{\circ}C$; y θ es el tiempo de permanencia del vapor en segundos. En otras circunstancias, cuando es preferible hacer máximo el producto líquido total y reducir al mínimo el consumo de hidrógeno, puede ser deseable trabajar en el intervalo práctico más bajo de S_c , desde 600 a 690.

10

15

20

25

El gas producido comprende productos de vapor procedentes de la hidrocarburización y consiste principalmente en productos gaseosos tales como agua, dióxido de carbono, monóxido de carbono, metano y similares, por ejemplo otros hidrocarburos, así como hidrógeno que no ha reaccionado y la fracción de "alquitrán" condensable. La fracción de alquitrán puede ser destilada fácilmente para recuperar productos químicos valiosos, incluyendo fenoles. El alquitrán contiene una cantidad apreciable de material que hierve a temperaturas mayores de aproximadamente $230^{\circ}C$, que

es útil principalmente como combustible. Se ha encon
trado por este invento, sin embargo, que este material
de punto de ebullición elevado puede ser recirculado a
la zona de hidrocarburización para ser hidrocraqueado
5 para obtener compuestos que hierven por debajo de
230°C, permitiendo con ello que sustancialmente la to
talidad de los productos de vapor producidos por la
hidrocarburización sean recuperados como productos
químicos valiosos de bajo punto de ebullición. El ma
10 terial de alto punto de ebullición, se alimenta a la
zona de hidrocarburización en un punto suficiente pa-
ra permitir la conversión de aproximadamente 25 a 40%
de los materiales recirculados a productos que hierven
por debajo de aproximadamente 230°C. De este modo se
15 aumenta el rendimiento global de los materiales fenó-
licos de bajo punto de ebullición y también se aumen-
ta la relación de fenoles producidos a hidrógeno con-
sumido. Debido a que este material se vaporizará
súbitamente cuando se alimenta a la zona de hidrocar-
20 burización, la reacción de hidrocarburización se rea-
liza todavía en fase seca. Mediante esta modifica-
ción, las tres etapas del proceso de hidrocarburiza-
ción, desalcoholación de fenoles sustituidos y un hi
drocraqueo secundario de los alquitranes de carbón
25 son realizadas simultaneamente.

También se ha encontrado en este invento que este alquitrán o fracción del mismo puede recircularse a la reacción de hidrocarburización y convertirse por tanto en líquidos de punto de ebullición inferior, gases y carbón desvolatilizado. Tal recirculación puede efectuarse sin aglomerar el lecho fluido si el líquido de recirculación se inyecta a una velocidad lo suficientemente alta, tal como se ha descrito anteriormente, para mezclarlo rápidamente con carbón que parcialmente ha reaccionado y partículas de carbón desvolatilizado y con un ángulo tal que se evite su pegado a las paredes o intervalos del lecho antes de reaccionar o vaporizarse.

El carbón desvolatilizado producido por el proceso de hidrocarburización de este invento es muy reactivo y contiene cantidades bastante grandes de hidrógeno, generalmente alrededor de 4% en peso sobre una base IHC. Se ha encontrado que si el carbón se calienta a una temperatura de 800 a 900°C o más elevada, preferiblemente 840-900°C, se puede obtener una corriente gaseosa que contiene aproximadamente 75 a 85% en volumen de hidrógeno, siendo el resto principalmente monóxido de carbono y metano. Esta corriente de hidrógeno, después de la eliminación de los contaminantes pueden emplearse como gas de flui-

dización, disminuyendo por tanto sustancialmente la necesidad de hidrógeno procedente de alguna otra fuente. Se prefiere que este proceso de "calcinación" sea realizado en un lecho fluidizado, empleando, por ejemplo vapor de agua como medio de fluidización. La presión es preferiblemente la atmosférica. El tiempo de permanencia de los sólidos en la zona de calcinación puede variar desde aproximadamente 2 a aproximadamente 10 minutos, y preferiblemente es desde aproximadamente 3 a aproximadamente 7 minutos. Cuando el vapor de agua es el gas de fluidización, ocurre la reacción parcial aumentando los rendimientos de hidrógeno y de monóxido de carbono. No se pretende restringir el método de emplear el carbón desvolatilizado a este procedimiento, sin embargo, para el carbón desvolatilizado es adecuado como alimentación a cualquiera de los procedimientos de gasificación comerciales o propuestos.

El modo en el cual se realiza el invento será comprendido más completamente a partir de la descripción siguiente cuando se lea con referencia a los dibujos que se acompañan, que representan vistas semi-esquemáticas de realizaciones de un sistema en el cual puede efectuarse el procedimiento de este invento.

La Figura 1 ilustra recipientes 10 y 16

de suministro de carbón, un dispositivo alimentador de carbón 22, un precalentador 30 y un recipiente de reacción 40. Están dispuestas tuberías para transportar el carbón finamente dividido a través de los recipientes conectados en serie. Una tubería 26 transporta el carbón desde la cámara de recogida 18 hasta el precalentador 30. Una tubería 34 transporta el carbón desde el precalentador 30 al recipiente de reacción 40. Una tubería 44 transporta el carbón desvolatilizado desde el recipiente de reacción 40 para recuperación como producto sólido o para recirculación. Está prevista una tubería 42 para transportar líquido y productos de vapor desde el recipiente de reacción 40 para un posterior tratamiento y/o recirculación.

De acuerdo con el procedimiento de este invento, el carbón alimentado en forma de partículas, que ha sido triturado, molido, pulverizado o reducido de tamaño de otro modo hasta un tamaño menor de aproximadamente 8 mallas según la escala Tyler, y preferiblemente más fino que aproximadamente 20 mallas Tyler. Además, aunque el carbón de alimentación puede contener agua adsorbida, es preferible que la mezcla esté sustancialmente exenta de humedad superficial. Cualquier agua adsorbida se evaporizará duran

te el precalentamiento. Además, cualquier agua absor-
bida debe incluirse como parte del gas portador inerte
y no debe ser en cantidades grandes tales que den
más gas portador del requerido. Las partículas de
5 carbón que satisfacen estas condiciones se denominan
en esta memoria "fluidizables".

Los recipientes 10 y 16 de suministro de
carbón cada uno pueden alojar un lecho de partículas
de carbón fluidizables, que se emplean en el proceso.
10 El recipiente 10 de suministro de carbón es típicamen-
te una tolva con cierre a presión esencialmente atmos-
férica. El recipiente 16 de suministro de carbón es
típicamente una tolva con cierre en la que el carbón
fluidizado puede ser puesto a presión con el gas del
15 proceso u otros gases de fluidización deseados.

La operación de los recipientes 10, 16 y
22 puede ilustrarse describiendo un ciclo típico.
Con las válvulas 14 y 20 cerradas, la tolva con cie-
rre 16 se llena hasta una profundidad determinada
20 con carbón procedente de la tolva con cierre 10 a tra-
vés de la válvula abierta 12 y la tubería 11 a una
presión esencialmente atmosférica. Luego, con las
válvulas 12 y 20 cerradas, la tolva con cierre 16 se
pone a presión hasta una presión determinada mayor
25 que la presión del sistema de reacción a través de la

válvula abierta 14 y la tubería 13. Las válvulas 12 y 14 se cierran luego y el carbón se introduce en el recipiente alimentador fluidizado 22 a través de una válvula abierta 20 y la tubería 17. El ciclo alrededor de la tolva con cierre 16 se repite luego. Un tiempo típico para tal ciclo es desde aproximadamente 10 a aproximadamente 30 minutos. Con la válvula 20 cerrada, el carbón fluidizado se alimenta a una velocidad predeterminada a través de la tubería 26 a unidades de proceso situadas aguas abajo. Otras variaciones del ciclo de alimentación para el alimentador fluidizado son posibles, naturalmente, pero no están ilustradas en la presente memoria puesto que no constituyen etapas inventivas de este procedimiento.

En el alimentador fluidizado 22, un gas de fluidización pasa a través de la tubería 24 a una velocidad baja suficiente para arrastrar el carbón fluidizado y transportarlo en flujo en fase densa a través de la tubería 26 y entra por el fondo del precalentador de carbón 30, o directamente por la tubería 34 si no se requiere precalentamiento. Alternativamente, podría añadirse gas adicional a la tubería que transporta el carbón en un flujo en fase densa a través de la tubería 26 para favorecer el transporte. Puede emplearse cualquier gas no oxidante como gas de

fluidización, por ejemplo gas combustible, nitrógeno, hidrógeno, vapor de agua y similares. Sin embargo, es preferible, en general emplear gas del proceso de reacción o gas producido de recirculación.

5 El precalentador de carbón 30 está consti
tuido por medios para precalentar rápidamente, cuan-
do sea deseable, las partículas de carbón finamente
divididas, bajo condiciones fluidizadas, hasta una
temperatura inferior a la temperatura mínima para el
10 reblandecimiento de un margen de reacción significante,
en ausencia sustancial de oxígeno. Las tempera-
turas preferidas son desde aproximadamente 200°C a
aproximadamente 375°C y particularmente preferidas
son desde aproximadamente 325°C a aproximadamente
15 375°C. La corriente de carbón fluidizado y gas en fa-
se densa se calienta al pasar rápidamente a través
del calentador que tiene una relación muy favorable
de superficie de calentamiento a volumen interno. El
carbón se calienta en un calentador 30 a la tempera-
20 tura deseada por cualquier medio conveniente de inter-
cambio de calor, por ejemplo por medio de calor ra-
diante o gas de chimenea caliente tal como se repre-
senta en la Figura 1, entrando por el fondo del ca-
lentador 30 a través de la tubería 28 y saliendo por
25 la parte superior del recipiente calentador 30 a tra

vés de la tubería 32. Se reconoce, sin embargo, que la cantidad de precalentamiento de carbón citada puede ser reducida al mínimo precalentando el gas de proceso a una temperatura elevada.

5 Las partículas de carbón fluidizado precalentadas salen del precalentador 30 por la tubería 24 y entran por el extremo inferior del recipiente de reacción 40 sustancialmente cerca del centro del fondo, es decir en donde el eje vertical interseca con el
10 fondo del reactor 40. De acuerdo con este invento, las partículas de carbón se introducen en el extremo inferior de la zona de reacción en lecho fluidizado a una elevada velocidad. Esta elevada velocidad puede conseguirse acelerando la corriente fluidizada de
15 partículas de carbón hasta la velocidad deseada a lo largo de una trayectoria constreñida de sección transversal confinada. Una tobera de orificio de entrada estrecho, con canal biselado o cualesquiera medios de entrada que estrechen, constriñan o reduzcan la
20 superficie de la sección transversal del paso para la entrada, en donde las partículas de carbón fluidizado entran en el reactor, puede emplearse para acelerar la corriente fluidizada de partículas a la velocidad deseada. La corriente precalentada de partículas
25 de carbón fluidizables se introduce en la zona

de flujo ascendente central del lecho fluido en el interior del recipiente de reacción a una elevada velocidad en una dirección esencialmente vertical as-cedente en la parte sustancial y axialmente central del fondo del recipiente de reacción y a través de ella.

El aceite de recirculación puede ser in-troducido en el reactor 40 a través de la tubería 36. La inyección de la recirculación también se efectúa preferiblemente a una elevada velocidad de la corriente aproximadamente 61 metros por segundo o mayor, y más preferiblemente aproximadamente 122 metros por segundo o mayor entrando por el extremo inferior de la zona de reacción de lecho fluido dentro del recipiente de reacción en una dirección esencial y verticalmente ascendente. Análogamente a las partículas de carbón entrante, la corriente de aceite de recirculación si-gue una trayectoria sustancialmente ascendente alrededor de una parte sustancial y axialmente central del recipiente de reacción. En la inyección del aceite de recirculación y partículas fluidizables de carbón es esencial que sean introducidas en el recipiente de reacción de tal modo que no se peguen inmediata y di-rectamente a las paredes del recipiente de reacción, el resultado de lo cual conduciría a una aglomeración

innecesaria e indeseable.

Solamente se muestra en la Figura 1 una de cada una de las entradas de las partículas de carbón precalentado y el aceite de recirculación. Estas en
5 tradas pueden también representar una multiplicidad de entradas para facilidad de operación de este procedimiento. Una multiplicidad de entradas puede ser deseable, por ejemplo, cuando el reactor es grande o cuando se están inyectando separadamente en el reactor corrientes de recirculación separadas de aceite.
10 Los puntos de entrada para las partículas de carbón y/o el aceite de recirculación están situados preferiblemente cerca de la intersección del eje vertical con el fondo del reactor. Cada corriente de partícu
15 las de carbón y/o aceite de recirculación se introduce preferiblemente a una alta velocidad en cada entrada en una dirección esencial y verticalmente ascendente, estando situada la entrada en el fondo del reactor o cerca del mismo, preferiblemente en la proximi
20 dad del eje vertical. De este modo, la corriente separada de material carbonoso entrante se mantiene separada y aparte hasta ser mezclada rápidamente en el lecho fluido con el carbón que ha reaccionado parcial
mente y las partículas de carbón desvolatilizado.

25 El carbón desvolatilizado procedente del

recipiente de reacción 40 se separa continuamente por la tubería 44 hasta colectores calientes provistos de válvulas (no mostrados), que se despresurizan y se descargan intermitentemente.

5 El carbón desvolatilizado producido es de hecho carbón que ha reaccionado parcialmente, el cual a la temperatura del reactor continua desprendiendo pequeñas cantidades de alquitranes y otros vapores. Es necesario impedir con cierre hermético que los ga
10 ses y vapores del reactor entren al colector de carbón desvolatilizado mediante el empleo de un retroce
so. También, a la temperatura del reactor, entre aproximadamente 480°C y aproximadamente 600°C, el di
15 seño y operación de las válvulas calientes entre el reactor y el colector de carbón desvolatilizado son por lo general extremadamente difíciles. Por esta ra
zón es necesario disminuir la temperatura del carbón desvolatilizado producido por debajo de la temperatu
20 ra de reacción, preferiblemente a una temperatura comprendida entre aproximadamente 300°C y aproxima
damente 375°C.

Disminuyendo la temperatura de carbón des
volatilizado producido se impide el desprendimiento de alquitranes que de otro modo obturarían las tube
25 rías y válvulas del colector de carbón desvolatiliza

do, permitiendo el funcionamiento continuo de las vál
vulas calientes. También es deseable mantener al me-
nos la fluidización mínima en la tubería 44 que lleva
el carbón desvolatilizado producido desde el reactor
5 40 hasta el colector. Esto puede conseguirse intro-
duciendo un flujo pequeño y calculado de agua líquida
u otro líquido volátil no formador de carbón desvola-
tilizado en la tubería de salida 44 en uno o más pun-
tos directamente por encima de la válvula o válvulas
10 calientes (no representadas). El vapor de agua o el
generado por vaporización del agua añadida u otro lí-
quido, puede servir para la fluidización y las necesi-
dades de retroceso solo o aumentado por pequeñas can-
tidades de gases de retroceso adecuados, tal como gas
15 de recirculación producido, hidrógeno o vapor de agua.

Los productos líquidos y vapor se separan
del recipiente de reacción a través de la tubería 42.
El carbón desvolatilizado atrapado puede separarse
de la parte de cabeza de vapor por ciclones (no mos-
20 trados) y devolverse al lecho e inyectarse a elevada
velocidad, para ayudar a reducir la aglomeración de
lecho fluido en la zona de hidrocarburiación. El
aceite, el agua y los productos gaseosos pueden sepa-
rarse por condensación en etapas. La corriente de
25 aceite puede enfriarse bruscamente para enfriar la co

rriente hasta una temperatura a la cual los gases li-
geros y el líquido de bajo punto de ebullición y el
vapor de agua vayan a la parte superior de una colum-
na y el aceite pesado vaya al fondo. Puede emplearse
5 por ejemplo, un intercambiador de calor para enfriar
el ciclo de aceite pesado para enfriamiento y al vapor
de fabricación. La masa del producto fenólico perman-
ece en el aceite pesado, y el agua y parte de los
productos fenólicos permanecen en el aceite ligero
10 que puede recircularse por la tubería 36. El produco
acuoso contiene compuestos fenólicos, bases y simi-
lares y necesita ser descontaminado o purificado con
o sin recuperación de los fenoles y/o bases para la
venta antes de ser descargado o vuelto a usar. Si se
15 desean el fenol y los cresoles como productos separa-
dos, puede emplearse este producto acuoso en una eta-
pa de extracción de fenoles.

El gas de fluidización se alimenta al reci-
piente de reacción 40 por la tubería 38. El gas pre-
20 ferible es un gas exento de oxígeno y rico en hidróge-
no.

Los ejemplos siguientes son ilustrativos
del concepto de este invento, demostrando el método
de evitar la aglomeración del carbón en los procedi-
25 mientos de lecho fluidizado por inyección a alta velo-

cidad de partículas de carbón en una zona de reacción.

EJEMPLO I

5 El aparato empleado, que se muestra esquemá-
ticamente en la Figura 1 de los dibujos, comprende dos
tolvas con cierre para alimentación de carbón (10, 16)
conectadas en paralelo a un alimentador fluidizado 22,
un precalentador 30 y un reactor 40. La tubería que
10 transporta todo el carbón se construyó de un tubo de
9,5 mm de diámetro interior por 16 mm de diámetro ex-
terior. Las dos tolvas con cierre para alimentación
de carbón (10, 16) que alimentan el alimentador fluidi-
zado alternativamente cada una tenían un diámetro in-
terior de 178 mm y una altura de 2,44 metros. El ali-
15 mentador fluidizado 22 tenía un diámetro interior de
610 mm y una altura de 6 metros. El precalentador 30,
un baño de plomo calentado por quemadores de "combus-
tión superficial" tenía un diámetro interior de 610
mm y una altura de 3,6 metros. El reactor 40 tenía
20 un lecho fluído de 279 mm de diámetro interior una pro-
fundidad de lecho de 5 metros y un área de la sección
transversal interior de 0,06 metros cuadrados.

La velocidad media a través de la tubería
de alimentación de carbón en fase densa no fue parti-
25 cularmente alta, siendo la velocidad máxima aproxima-

damente 12 metros por segundo en la entrada del reactor y de solamente 4,5 metros por segundo en la salida del alimentador de carbón, permaneciendo todavía la erosión de la tubería a estas velocidades en un nivel aceptable. Los intentos de alimentar carbón en el reactor a velocidades de aproximadamente 30 metros por segundo dieron como resultado la aglomeración y coquización del lecho fluido. Se empleó una tobera de carburo de wolframio de 12 milímetros de diámetro para aumentar la velocidad a la que se introdujeron el carbón y el hidrógeno en el reactor hasta 60 metros por segundo y proporcionar una superficie resistente a la erosión.

En la operación, se llenó el reactor con carbón y se calentó lentamente hasta que se establecieron las condiciones, flujos gaseosos y presiones pretendidos. Como fase gaseosa se empleó hidrógeno. Cuando se establecieron las condiciones pretendidas comenzó la alimentación de carbón. Al terminar la experiencia se abrió el reactor. No se encontraron grandes aglomerados ni partículas de coque. Las condiciones de funcionamiento durante la hidrocarburización se muestran en la Tabla I siguiente:

25

TABLA I - CARBÓN DEL LAGO DE SNETT
(Condiciones de operación)

Número de experiencia	1	2	3	4**
Presión del reactor	35 - 42 Kg/cm ²	42 Kg/cm ²	28 - 70 Kg/cm ²	49 Kg/cm ²
Temperatura del reactor	* 470°C - 520°C	* 470°C - 520°C	480°C a 570°C	520°C - 560°C
Velocidad de fluidización	0,15 m/seg.	0,15 m/seg.	0,07 m/seg - 0,15 m/seg	0,15 m/seg.
Caudal de alimentación de carbón	450 - 540 Kg/h	450-540 Kg/h	270 - 450 Kg/h	450 Kg/h
Gas alimentado al reactor	Hidrógeno	Hidrógeno	Hidrógeno	Hidrógeno
Duración de la experiencia	45 horas	34 horas	78 horas	29 horas
Velocidad de inyección del carbón	61 m/seg.	61 m/seg.	61 m/seg.	61 m/seg.
Tiempo de permanencia de sólidos nominales en el lecho	18-22 minutos	18-24 minutos	19-46 minutos	9,4 minutos

* Inicialmente a 470°C y aumentando en incrementos de 10°C cada 6 horas con la limitación adicional de que el reactor se enfrió a 450°C-470°C después de una detención en la alimentación de carbón y antes de comenzar de nuevo la alimentación de carbón.

** La profundidad del lecho del reactor se acortó a 2,15 metros para esta experiencia. El análisis de la alimentación se resume en la Tabla II siguiente.

TABLA I - CARBÓN
 (Condiciones de

Número de experiencia	1	2
Presión del reactor	35 - 42 Kg/cm ²	42
Temperatura del reactor	* 470°C - 520°C	** 470°C
Velocidad de fluidización	0,15 m/seg.	0,15
Caudal de alimentación de carbón	450 - 540 Kg/h	450-5
Gas alimentado al reactor	Hidrógeno	Hidro
Duración de la experiencia	45 horas	34 ho
Velocidad de inyección del carbón	61 m/seg.	61 m
Tiempo de permanencia de sólidos nominales en el lecho	18-22 minutos	18-24

* Inicialmente a 470°C y aumentando en incrementos de 10°C cada 10 minutos hasta 520°C y luego a 450°C-470°C después de una detención en la alimentación de carbón.

** La profundidad del lecho del reactor se acortó a 2,15 metros por lo que se detallan en la Tabla II siguiente.

TABLA I - CARBÓN DEL LAGO DE SMET
(Condiciones de operación)

	2	3	4 ^{EE}
Kg/cm ²	42 Kg/cm ²	28 - 70 Kg/cm ²	49 Kg/cm ²
20°C	470°C - 520°C	480°C a 570°C	520°C - 560°C
g	0,15 m/seg	0,07 m/seg - 0,15 m/seg	0,15 m/seg.
Kg/h	450-540 Kg/h	270 - 450 Kg/h	450 Kg/h
	Hidrógeno	Hidrógeno	Hidrógeno
	34 horas	78 horas	29 horas
	61 m/seg.	61 m/seg.	61 m/seg.
utos	18-24 minutos	19-46 minutos	9,4 minutos

tos de 10°C cada 6 horas con la limitación adicional de que el reactor se enfrió a alimentación de carbón y antes de comenzar de nuevo la alimentación de carbón.

6 a 2,15 metros para esta experiencia. El análisis de la alimentación se resume en

TABLA II - CARBON SUBBITUMINOSO C DEL
LAGO DE SMET, WYOMING, (ANALISIS)

	<u>Base libre de humedad y ceniza</u>	<u>Porcentaje en peso</u>
5	C	72,0
	H	5,3
	N	1,3
	S	1,0
10	O	20,4
	Ceniza	11,9 (base seca)
	Agua	30 (como se recibió)

15

EJEMPLO II

Se realizaron dos experiencias adicionales empleando aparatos y procedimientos similares a los empleados en el Ejemplo I, excepto que el aceite, las fracciones de punto de ebullición más elevado de los productos líquidos, se recirculó al reactor. Estas experiencias adicionales se realizaron para determinar si podía alimentarse al reactor aceite pesado con una inyección a velocidad alta, sin aglomerar el lecho fluido. El equipo de recirculación de aceite añadido al aparato de la instalación piloto comprende un

20

25

depósito de almacenamiento, para alojar el aceite de recirculación, un precalentador de aceite para calentar previamente el aceite antes de la inyección en el reactor.

5 La corriente principal de hidrógeno en el reactor se dividió en dos corrientes aproximadamente iguales, cada una de las cuales se calentó previamente a 300°C - 350°C. El aceite pesado de recirculación se bombeó en una de estas corrientes de hidrógeno y se inyectó en el reactor a través de una tobera de carburo de wolframio de 6,35 milímetros de diámetro a aproximadamente 122 metros por segundo. La tobera, que se sitúa verticalmente en el reactor, se colocó en el centro del fondo del reactor aproximadamente a 1,5 metros de la entrada del carbón. La otra corriente de hidrógeno se mezcló con el carbón previamente calentado, y se introdujo en el fondo del reactor a través de una tobera de carburo de wolframio de 12 milímetros de diámetro a aproximadamente 49 metros por segundo en una dirección vertical ascendente. Los datos para estas experiencias se resumen a continuación en la Tabla III.

10

15

20

25

TABIA III

Experiencia	1	2
Caudal de alimentación de carbón	450 kg/h	450 kg/h
Presión del alimentador de carbón	77 Kg/cm ²	77 kg/cm ²
Presión del reactor	35 kg/cm ²	35 kg/cm ²
Temperatura del reactor	550 C	580 C
Velocidad de fluidización del reactor	0,15 m/seg	0,15 m/seg.
Duración de la experiencia	5 horas	5 horas
Caudal de alimentación del aceite de recirculación	45 kg/h	108 kg/h
Velocidad de entrada de carbón- H ₂	49 m/seg.	49 m/seg.
Velocidad de entrada de aceite - H ₂	128 m/seg	128 m/seg

No se encontraron problemas al realizar estas experiencias. No hubo ninguna manifestación de aglomeración en el lecho fluido, incluso cuando se inyectó aceite al caudal de 108 kg/h.

5

EJEMPLO III

El aparato a escala piloto empleado en este ejemplo comprendía una tolva para sólidos pulverizados que tenía una capacidad de sólidos de 4,5 litros y estaba construida de un conducto de acero al carbono de nomenclatura 80 de 76 milímetros de diámetro y 1,2 metros de altura; se hizo un reactor de un tubo de acero inoxidable de 25 milímetros de diámetro interior por 229 milímetros de altura que tenía un espesor de pared de 6,4 milímetros y un cabezal expandido de 102 milímetros de altura y 51 milímetros de diámetro interior; la tubería de rebose de sólidos se construyó de un conducto de nomenclatura 40 de 13 milímetros; se construyó una tubería de vapor de un tubo de acero inoxidable de 9,5 milímetros de diámetro exterior; y un alimentador de sólidos. Se emplearon dos bombas de alimentación de líquido, Lapp Microflow Pulsafeeders, una para alimentar el líquido que ha de investigarse y la otra para ali-

10

15

20

25

mentar agua para la generación de vapor. Un vaporizador de líquido y agua calentado eléctricamente y recalentadores contruidos de tubos de acero inoxidable de 6,4 milímetros de diámetro exterior se instalaron en el reactor entre las bombas de alimentación y la tobera de inyección de alimentación. Un termopar situado a 76, 152, 203 y 279 milímetros del fondo del reactor se instaló en una cavidad para termopares colocada axialmente en el centro del reactor. Los tres termopares inferiores estaban en el lecho fluidizado mientras que el termopar superior estaba en el espacio de vapor por encima del lecho.

En funcionamiento, los alquitranes que hierven por encima de 235°C obtenidos por hidrocarburización del carbón del lago De Smet se emplearon como el material de alimentación a la zona de reacción para la conversión a aceites que hierven por debajo de 230°C. Los alquitranes se destilaron del producto líquido total obtenido de la hidrocarburización en diversas fracciones de destilación y una mezcla de estas fracciones de destilación empleadas en este ejemplo tenía un intervalo de temperatura atmosférica nominal para el 75% del alquitran entre 235°C y 460°C. El 25% restante servía por en

cima de 460°C.

5 La tolva de alimentación de sólidos se cargó con carbón desvolatilizado por hidrocarburación del lago De Smet como se ha descrito antes de la presente memoria. Los depósitos de alimentación de agua y alquitrán se cargaron y calentaron a la temperatura de funcionamiento. Durante el período de calentamiento, pasó a través del reactor vacío un flujo predeterminado de hidrógeno. Tan pronto como se aproximaron las condiciones de funcionamiento, se comenzó la alimentación de carbón desvolatilizado y la alimentación de agua (vapor recalentado en el momento que entró el reactor a través del orificio de inyección). Los tres termopares se colocaron en el lecho fluidizado, en los niveles antes indicados, sirvieron como indicación del comportamiento del lecho. Los intentos para alimentar esta corriente de alquitrán a velocidades de 30,5, 61 y 91 metros por segundo dieron como resultado una rápida aglomeración del lecho del reactor fluidizado. Se empleó una aguja hipodérmica calibrada 26 para alcanzar una velocidad de inyección de 122 metros por segundo de la alimentación de alquitrán total. Empleando esta velocidad de entrada para la alimentación total, se evitó la coquización del lecho fluidizado en el reac

10

15

20

25

tor con las condiciones de operación siguiente contenidas en la Tabla IV.

5

TABLA IV - CONDICIONES DE OPERACION
CARBON DEL LAGO DE SMET

10	Presión	10,5 Kg/cm ² manométricos
	Presión parcial del hidrógeno	8 Kg/cm ² manométricos
	Tiempo de permanencia de los vapores en el carbón desvolatilizado basado en la velocidad lineal superficial	1,33 seg.
15	Alimentación de carbón desvolatilizado	250 g/hora
	Caudal de alimentación del aceite	2 ml/min
	Alimentación de agua (como vapor)	3 ml/min
20	Flujo de hidrógeno al reactor	991 litros normales/hora
	Moles de hidrógeno/Moles de agua	45/1
	Temperatura	650°C
25	Velocidad lineal superficial de hidrógeno	0,15 m/sg.
	Tiempo de la experiencia	5 horas
	Gas de fluidización	Hidrógeno

EJEMPLOS IV - XXII

El aparato empleado en estos ejemplos se muestra esquemáticamente en la Figura 2 de los dibujos y consistía esencialmente de una tolva para carbón 101 que tenía una capacidad de 3500 gramos construida de un tubo de acero al carbono de nomenclatura 80 de 76 milímetros de diámetro por 1,2 metros de altura; un reactor 103 que comprende una zona de reacción 105 construido de un tubo de acero inoxidable de 25 milímetros de diámetro interior por 229 milímetros de altura que tenía un espesor de pared de 6,4 milímetros y un cabezal expandido 107 construido de un tubo de nomenclatura 80 de 51 milímetro de diámetro por 457 milímetros de altura; un condensador enfriado por vapor 109; dos condensadores enfriados por agua 111 y 113; y un compresor de recirculación de gas, no mostrado. Para asegurar la separación de los productos condensables de la corriente de vapor, el sistema también empleó bien un lavador de disolvente 115 o una trampa de carbono activado 117. El reactor 103 estaba equipado con una cavidad para termopares montada axialmente, no mostrada, que contenía cuatro termopares situados a 25, 102, 178 y 305 milímetros desde el fondo del

reactor 103.

5 En funcionamiento, la tolva 101 se carga con una cantidad pesada de carbón sub-bituminoso C de 40-100 mallas que se extrajo de una mina e inmediatamente se almacenó bajo agua. El carbón se llevó al reactor y se deshidrató y secó en condiciones no oxidantes. El sistema se purgó de aire, el reactor 103 se calentó a hasta aproximadamente las condiciones de reacción deseadas y se establecieron los caudales y las presiones del gas. Como fase gaseosa se emplea hidrógeno de botellas. Cuando se establecen la temperatura, presión y caudales del gas deseados, se comienza la alimentación de carbón y continua hasta que la tolva está vacía, en cuyo momento se detiene el sistema y se enfría. Durante la experiencia, el carbón desvolatilizado se separa del reactor 103 a través de la tubería de reboso 119 y se recoge en el colector de carbón desvolatilizado 121 y se dejan acumular los alquitranes y el agua en condensadores 109, 111 y 113 y el lavador 115, si se emplea.

15 Al terminar la experiencia, el colector de carbón desvolatilizado está vacío y el carbón desvolatilizado se pesa. Los condensadores se drenan en un colector común 123 y el producto se filtra, añá-

diéndose la torta de filtración al carbón desvolatilizado con el fin de determinar los rendimientos. El filtrado se sometió luego a separación de componentes volátiles para separar el disolvente, si está presente, y el agua, a la temperatura de la caldera de 200°C a presión atmosférica. El aceite ligero que se separó por destilación con el agua se separa del destilado por decantación y se devuelve al alambique. El alquitrán se destila luego para recuperar cuatro fracciones: (1) una primera fracción que hierve por debajo de 130°C a presión atmosférica y con una relación de reflujo de 3 a 1; (2) una segunda fracción, o "aceite ligero", que hierve a 30°C - 260°C a 50 mm y con una relación de reflujo de 6 a 1; (3) una tercera fracción, o "aceite medio", que hierve a 260°C - 340°C a 10 mm y con una relación de reflujo de 3 a 1; y (4) un residuo que consiste en aceite pastoso (que hierve a 340°C - 350°C a 10 mm) y brea.

Las fracciones de alquitrán se analizan por valoración o análisis por cromatografía de gases en cuanto a presencia de materiales fenólicos o "ácidos de alquitrán".

Los datos para estos experimentos se resumen en forma tabular a continuación:

EJEMPLO N° 4-22

	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
<u>Ejemplo</u>										
<u>Carbón</u>										
5	Análisis último (1)									
	C	72,2	72,5	72,6	72,3	73,2	70,6	73,2	73,0	71,0
	H	5,2	5,5	5,1	5,2	5,5	5,1	5,5	5,3	5,1
	N	1,0	1,4	1,6	1,7	2,0	1,4	1,3	1,0	2,1
	S	0,8	1,0	1,0	1,2	1,2	1,0	0,8	0,9	1,0
	O	20,8	19,6	19,7	19,6	18,1	21,9	19,2	19,8	20,8
10	Cenizas (2)	11,5	16,6	10,5	18,1	18,0	14,0	13,8	9,0	15,4
	<u>Condiciones de reacción</u>									
	Temperatura, °C	560	497	562	511	508	539	522	511	540
15	Presión									
	Total, kg/cm ² manométrico	24	70	45,5	70	70	35	70	70	70
	Hidrógeno, kg/cm ² (3)	21	66	42	64	64	31,5	60	67	62
	Tiempo de permanencia de sólidos, minutos	3,8	3,7	2,8	8,2	8,8	8,4	7,4	9,4	4,9
20	Tiempo total, horas	3,5	8,17	2,5	7,83	8,67	8,33	6,42	8,42	4,67
	S _H	564	572	581	583	585	590	591	592	596

(1) Base libre de humedad y cenizas (LHC)

(2) Base libre de humedad

(3) Presión parcial.

EJEMPLO Nº 4-22

<u>Ejemplo</u>	4	5	6	7	
<u>Carbón</u>					
5	Análisis último (1)				
	C	72,2	72,5	72,6	72,3
	H	5,2	5,5	5,1	5,2
	N	1,0	1,4	1,6	1,7
	S	0,8	1,0	1,0	1,2
10	O	20,8	19,6	19,7	19,6
	Cenizas (2)	11,5	16,6	10,5	18,3
<u>Condiciones de reacción</u>					
	Temperatura, °C	560	497	562	511
15	Presión				
	Total, kg/cm ² manométricos	24	70	45,5	70
	Hidrógeno, kg/cm ² (3)	21	66	42	64
	Tiempo de permanencia de sólidos, minutos	3,8	3,7	2,8	8,
20	Tiempo total, horas	3,5	8,17	2,5	7,
	S _H	564	572	581	583

(1) Base libre de humedad y cenizas (LHC)

(2) Base libre de humedad

(3) Presión parcial.

25

6	7	8	9	10	11	12
72,6	72,3	73,2	70,6	73,2	73,0	71,0
5,1	5,2	5,5	5,1	5,5	5,3	5,1
1,6	1,7	2,0	1,4	1,3	1,0	2,1
1,0	1,2	1,2	1,0	0,8	0,9	1,0
19,7	19,6	18,1	21,9	19,2	19,8	20,8
10,5	18,1	18,0	14,0	13,8	9,0	15,4
62	511	508	539	522	511	540
45,5	70	70	35	70	70	70
12	64	64	31,5	60	67	62
2,8	8,2	8,8	8,4	7,4	9,4	4,9
2,5	7,83	8,67	8,33	6,42	8,42	4,67
1	583	585	590	591	592	596

(Continuación)		13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Ejemplo											
Carbón											
Análisis último (1)											
5	C	71,5	71,4	71,0	73,5	71,0	70,9	70,8	73,5	72,	72,1
	H	5,3	5,0	5,0	5,2	5,1	5,2	5,2	5,3	5,3	5,2
	N	1,1	1,8	1,7	1,9	1,3	1,4	1,4	1,0	1,4	1,3
	S	0,8	1,0	1,0	1,2	1,2	1,1	1,1	0,9	1,0	1,0
	O	21,3	20,8	21,3	18,2	21,4	21,4	21,5	19,3	20,3	20,4
10	Cenizas (2)	10,8	17,1	16,6	12,0	16,2	15,9	15,6	9,3	16,0	9,5
Condiciones de reacción											
Temperatura, °C		560	571	539	558	536	536	536	543	567	567
Presión											
15	Total, kg/cm ² manométricos	24	70	52,5	24	70	70	70	70	70	70
	Hidrógeno, kg/cm ² (3)	22	58	47	22	62	62,6	63	66	61	65,5
	Tiempo de permanencia de sólidos, minutos	8,2	2,9	9,8	12,5	9,5	10	10,6	9,2	9,0	10,2
20	Tiempo total, horas	7,42	2,67	9,62	10,75	9,33	19,24	9,92	8,67	8,5	9,25
	S _H	597	606	610	611	620	621	623	627	650	661

(1) Base libre de humedad y cenizas (LHC)

(2) Base libre de humedad

(3) Presión parcial.

(Continuación)

Ejemplo	13	14	15	16	
<u>Carbón</u>					
Análisis último (1)					
5	C	71,5	71,4	71,0	73,0
	H	5,3	5,0	5,0	5,0
	N	1,1	1,8	1,7	1,7
	S	0,8	1,0	1,0	1,0
	O	21,3	20,8	21,3	18,0
10	Cenizas (2)	10,8	17,1	16,8	12,0
<u>Condiciones de reacción</u>					
	Temperatura, °C	560	571	538	558
Presión					
15	Total, kg/cm ² manométricos	24	70	52,5	24
	Hidrógeno, kg/cm ² (3)	22	58	47	22
	Tiempo de permanencia de sólidos, minutos	8,2	2,9	9,8	12,5
	Tiempo total, horas	7,42	2,67	9,62	10,7
20	S _H	597	606	610	611
(1) Base libre de humedad y cenizas (LHC)					
(2) Base libre de humedad					
(3) Presión parcial.					

25

15	16	17	18	19	20	21	22
71,0	73,5	71,0	70,9	70,8	73,5	72,	72,1
5,0	5,2	5,1	5,2	5,2	5,3	5,3	5,2
1,7	1,9	1,3	1,4	1,4	1,0	1,4	1,3
1,0	1,2	1,2	1,1	1,1	0,9	1,0	1,0
21,3	18,2	21,4	21,4	21,5	19,3	20,3	20,4
16,8	12,0	16,2	15,9	15,6	9,3	16,0	9,5
538	558	536	536	536	543	567	567
52,5	24	70	70	70	70	70	70
47	22	62	62,6	63	66	61	65,5
9,8	12,5	9,5	10	10,6	9,2	9,0	10,2
9,62	10,75	9,33	19,24	9,92	8,67	8,5	9,25
610	611	620	621	623	627	650	661

Resultados		4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
<u>Rendimientos del producto</u>															
Carbón IHC % en peso															
5	Carbón desvolatilizado	58,2	49,5	54,2	44,0	44,6	48,4	35,8	50,7	45,0	50,4	44,1	40,2	50,3	39,6
	Alquitrán	15,3	23,4	17,0	27,6	25,4	19,5	28,0	22,3	25,6	21,3	20,8	25,3	21,0	27,8
	Gas	12,0	13,0	11,9	18,5	19,9	16,5	19,9	14,9	18,0	13,7	19,5	17,5	13,7	22,5
	Agua	15,6	13,6	18,0	14,7	13,5	15,6	18,3	12,8	15,3	16,0	16,7	16,7	16,5	16,6
10	Análisis último- IAF														
	C	87,3	-	89,0	89,2	89,1	94,0	92,0	88,1	90,2	90,1	91,2	91,8	90,5	92,5
	H	3,7	-	3,8	4,5	4,3	4,3	4,5	4,1	4,2	3,9	3,9	4,3	3,8	4,1
	N	1,4	-	1,3	1,3	1,3	1,7	1,2	1,3	1,5	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6
	S	1,0	-	1,0	1,3	1,1	1,1	0,7	0,6	1,1	1,0	1,3	1,4	0,7	1,3
	O	6,6	-	4,9	3,7	4,2	(-1,1)	1,6	5,9	3,0	3,8	2,3	1,1	3,5	0,5
Acidos de alquitrán, %															
en peso															
15	Carbón IHC	4,5	-	4,7	5,8	--	4,4	-	5,0	-	5,1	-	4,4	5,5	-
	O-260°C	0,9	-	1,5	1,6	--	1,1	-	1,7	-	1,5	-	1,9	1,5	-
	260-340°C	5,4	-	6,2	7,4	--	5,5	-	6,7	-	6,6	-	6,3	7,0	-
	Total														
Hidrógeno consumido,															
Carbón IHC % en peso															
20	Relación alquitrán/H ₂	13,9	12,3	14,2	13,1	11,5	10,3	12,7	12,4	10,6	15,2	7,4	10,1	14,0	8,4
	Relación ácido de alquitrán/H ₂	4,9	-	5,2	3,5	--	2,9	-	3,7	-	4,7	-	2,5	4,7	-

<u>Resultados</u>		4	5	6	7	8	9
<u>Rendimientos del producto</u>							
	Carbón LHC % en peso						
5	Carbón desvolatilizado	58,2	49,5	54,2	44,0	44,6	48,4
	Alquitrán	15,3	23,4	17,0	27,6	25,4	19,5
	Gas	12,0	13,0	11,9	18,5	19,9	16,5
	Agua	15,6	13,6	18,0	14,7	13,5	15,6
	<u>Análisis último- IAF</u>						
	C	87,3	-	89,0	89,2	89,1	94,0
	H	3,7	-	3,8	4,5	4,3	4,3
10	N	1,4	-	1,3	1,3	1,3	1,7
	S	1,0	-	1,0	1,3	1,1	1,1
	O	6,6	-	4,9	3,7	4,2	(-1,1)
	<u>Acidos de alquitrán, % en peso</u>						
	Carbón LHC						
15	0-260°C	4,5	-	4,7	5,8	--	4,4
	260-340°C	0,9	-	1,5	1,6	--	1,1
	Total	5,4	-	6,2	7,4	--	5,5
	Hidrógeno consumido, Carbón LHC % en peso	1,1	1,9	1,2	2,1	2,2	1,9
20	Relación alquitrán/H ₂	13,9	12,3	14,2	13,1	11,5	10,3
	Relación ácido de alquitrán/H ₂	4,9	-	5,2	3,5	--	2,9

25

	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
0	44,6	48,4	35,8	50,7	45,0	50,4	44,1	40,2	50,3	39,6
6	25,4	19,5	28,0	22,3	25,6	21,3	20,8	25,3	21,0	27,8
5	19,9	16,5	19,9	14,9	18,0	13,7	19,5	17,5	13,7	22,5
7	13,5	15,6	18,3	12,8	15,3	16,0	16,7	16,7	16,5	16,6
2	89,1	94,0	92,0	88,1	90,2	90,1	91,2	91,8	90,5	92,5
5	4,3	4,3	4,5	4,1	4,2	3,9	3,9	4,3	3,8	4,1
3	1,3	1,7	1,2	1,3	1,5	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6
3	1,1	1,1	0,7	0,6	1,1	1,0	1,3	1,4	0,7	1,3
7	4,2	(-1,1)	1,6	5,9	3,0	3,8	2,3	1,1	3,5	0,5
3	--	4,4	-	5,0	-	5,1	-	4,4	5,5	-
5	--	1,1	-	1,7	-	1,5	-	1,9	1,5	-
4	--	5,5	-	6,7	-	6,6	-	6,3	7,0	-
	2,2	1,9	2,2	1,8	2,4	1,4	2,8	2,5	1,5	3,3
	11,5	10,3	12,7	12,4	10,6	15,2	7,4	10,1	14,0	8,4
	--	2,9	-	3,7	-	4,7	-	2,5	4,7	-

(Continuación)

Resultados		18	19	20	21	22
<u>Rendimientos del producto</u>						
Carbón LHC % en peso						
5	Carbón desvolatilizado	38,5	37,5	39,8	33,3	38,4
	Alquitrán	28,4	29,1	27,3	27,3	29,0
	Gas	21,8	21,0	17,9	21,7	19,2
	Agua	15,8	15,0	15,2	19,3	16,2
Análisis último-MAF						
10	C	93,0	93,5	92,0	94,0	93,0
	H	4,2	4,2	4,0	3,7	3,8
	N	1,4	1,2	1,3	1,1	1,3
	S	1,2	1,1	0,6	1,2	0,6
	O	0,2	0,0	2,1	0,0	1,3
Acidos de alquitrán, % en peso						
15	Carbón LHC					
	0-260°C	5,7	-	6,3	-	7,6
	260-340°C	1,4	-	0,8	-	0,8
	Total	7,1	-	7,1	-	8,4
Hidrógeno consumido, Carbón LHC % en peso						
		3,4	3,5	2,9	4,1	3,5
20	Relación alquitrán/H ₂	8,4	8,3	9,4	6,8	9,4
	Relación ácido de alqui- trán/H ₂	2,1	-	2,4	-	2,4

25

EJEMPLOS XXIII y XXXIV

Se realizan dos experiencias adicionales que emplean aparatos y procedimientos similares a los empleados en los Ejemplos IV - XXII excepto que el producto gaseoso no se recircula al reactor. Estas experiencias adicionales se realizan para determinar el efecto del dióxido de carbono presente en el gas de recirculación sobre el consumo de hidrógeno. Los datos para estas experiencias se resumen a continuación:

<u>Ejemplo</u>	23	24
<u>Carbón</u>		
15 Análisis último, LHC		
C	73,7	73,0
H	5,1	5,1
N	1,0	1,3
S	1,0	1,0
O	19,2	19,6
Ceniza, libre de humedad	8,5	8,5
20 Condiciones de la reacción		
Temperatura, °C	544	531
Presión		
Total, kg/cm ² manométricos	42	42
Hidrógeno, kg/cm ² (presión parcial)	42	42
Tiempo de permanencia de sólidos, minutos	13,2	14,8
Tiempo total, horas	12,4	11,3
25 S _H	624	615

Resultados

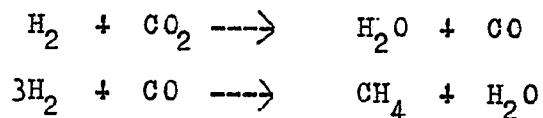
Rendimiento del producto

		23	24
5	carbón LHC % en peso		
	carbón desvolatilizado	45,6	48,5
	alquitrán	23,6	25,2
	gas	16,0	14,2
	agua	16,8	13,7
	Análisis último de carbón desvolatilizado, LHC		
10	C	90,5	90,4
	H	3,9	4,1
	N	1,2	1,2
	S	0,9	0,9
	O	3,5	3,4
	Acidos de alquitrán, % de carbón LHC		
15	0-260°C	6,3	6,1
	260-340°C	1,3	1,5
	Total	7,6	7,6
	Hidrógeno consumido, % de carbón LHC	2,0	1,6
	Relación de alquitrán/H ₂	11,8	15,8
20	Relación de ácido de alquitrán/H ₂	3,8	4,75

25 Por comparación de las cantidades de hidrógeno consumido y el alquitrán y ácidos de alquitrán producidos por unidad de hidrógeno consumido en aquellos ejemplos con experiencias que emplean recircula

ción que tienen factores de severidad similares (S_H) puede verse que se obtienen resultados mejorados cuando no se emplea recirculación de gas. Así, a un factor de severidad de 624 sin recirculación (Ejemplo 23) la cantidad de hidrógeno consumido es solamente de 2,0 por ciento del carbón, cuando se compara con 2,9 a 3,5 para los Ejemplos 19 y 20. Además, las relaciones de alquitrán y ácidos de alquitrán a hidrógeno consumido es 11,8 y 3,8 respectivamente, en el Ejemplo 23. En contraste las relaciones de alquitrán a hidrógeno en los Ejemplos 19 y 20 son 8,3 a 9,4, y la relación de ácido de alquitrán a hidrógeno del Ejemplo 20 fué solamente 2,4.

Estos resultados mejorados se deben a que se evitan las reacciones siguientes:



debido a la presencia de dióxido o monóxido de carbono en el sistema en cantidades significativas debidas a la recirculación.

EJEMPLO XXV

Empleando técnicas similares a las emplea

das en los ejemplos anteriores, se hizo una experiencia en instalación piloto durante aproximadamente una semana. El reactor en esta experiencia es de 279 milímetros de diámetro y 6 metros de altura. La temperatura de hidrocarburización es 540°C, la presión parcial de hidrógeno es de 28 kg/cm² y el tiempo de permanencia de sólidos es de 14,3 minutos, para un factor de hidrocarburización (S_H) de 606.

Los rendimientos del producto, basados en carbón LHC, son 53 por ciento de carbón desvolatilizado, 19 por ciento de alquitrán, 15,5 por ciento de gas y 15,2 por ciento de agua a un consumo de hidrógeno de 1,74 por ciento basado en carbón LHC. Los ácidos de alquitrán que hierven por debajo de 230°C ascendían a 5,60 por ciento de carbón LHC. Así, la relación de alquitrán a hidrógeno consumido es 10,9 y la relación de ácidos de alquitrán que hierven por debajo de 230°C a hidrógeno consumido es de 3,22.

Al recircular alquitrán que hierve por encima de 230°C, el rendimiento de ácidos de alquitrán que hierven por debajo de 230°C aumenta desde 5,61 por ciento hasta 7,04 por ciento de carbón LHC a un consumo total de hidrógeno de 1,93 por ciento de carbón LHC, para una relación de ácido de alqui-

trán de temperatura baja a hidrógeno de 3,65 cuando se comparó con 3,22 sin recirculación.

5 Los datos de este ejemplo, cuando se comparan con los del Ejemplo 15 indican también el efecto de la desalcoholación simultánea de los alcohol-
fenoles sobre la distribución del producto. El tiempo de permanencia del vapor en el pequeño reactor de los ejemplos previos es demasiado corto para permitir la existencia de desalcoholación significativa. Sin embargo en este ejemplo, el tiempo de permanencia del vapor es de 18,5 segundos, para un factor de severidad (S_c) de solamente 640, que está por debajo del intervalo preferido. No obstante, la proporción de ácido de alquitrán que hierve por
10 debajo de 260°C a todo el ácido de alquitrán que hierve por debajo de 340°C aumentó desde 70 por ciento en el Ejemplo 15 a por encima del 81 por ciento en este ejemplo.

15 El carbón empleado en varios de los siguientes experimentos se conoce generalmente como carbón del Lago De Smet. Este carbón se toma de una formación no usual en Wyoming del Norte y existe en forma de yacimiento de carbón con espesores de hasta 61 metros. Este depósito de carbón se encuentra cerca de la superficie de la tierra y en el pasa
20
25

do se quemó parcialmente formando una cavidad llena
ahora de agua. Esta es conocida como el Lago De
Smet. El carbón empleado se tomó de la tierra más
próxima a la orilla sur del lago. El carbón es sub-
5 -bituminoso de la clase C.

Se ha encontrado en un aspecto del presen-
te invento que incluso una exposición suave del car-
bón del Lago de Smet de baja calidad a la oxidación
del aire da como resultado una disminución marcada
10 en los rendimientos del procedimiento de los compues-
tos fenólicos. Por ejemplo, secando el carbón en
una estufa de vacío comercial a 50°C y moliendo y
tamizando el carbón seco en aire se redujo el rendi-
miento de alquitrán en aproximadamente 50 por cien-
15 to con una pérdida proporcional de compuestos fenó-
licos.

Ejemplo XXVI

HIDROCARBURIZACION DEL CARBON DEL LAGO DE SMET

20 En la hidrocarburiación del carbón del
Lago De Smet, se encuentra que es necesario mucho
cuidado con el fin de evitar la oxidación y obtener
rendimientos verdaderamente representativos de este
carbón de baja calidad.

25 Una muestra de carbón del Lago de Smet

se protege cuidadosamente durante el transporte, colocando los testigos húmedos en bolsas de polietileno y rodeando las bolsas a medida que se empaquetan en una caja con recortes de testigos húmedos. Al
5 llegar al laboratorio de investigación, se escogió una muestra alícuota de los testigos, secados parcialmente a temperatura ambiente en un desecador a vacío, se molió y analizó. El resto de las muestras de testigos se colocaron en una estufa comercial de
10 secado a vacío y se secaron toda una noche a 50°C. Los testigos se muelen luego para proporcionar carbón de 40-100 mallas suficiente para las operaciones experimentales siguientes. La unidad de hidrocarburi-
15 zación y el procedimiento de funcionamiento empleado en este y en todos los experimentos que existen en este informe se describen en los Ejemplos 4-22.

El análisis de la muestra alícuota y la muestra preparada para empleo experimental se muestran en la Tabla V. Las condiciones de funcionamiento y los rendimientos del producto se muestran en
20 la Tabla VI.

25

TABLA V
PROPIEDADES DEL CARBON DEL LAGO DE SMET

5	<u>Análisis inmediato</u>	<u>Muestra alícuota</u> <u>Porcentaje en peso</u> <u>según se recibió</u>	<u>Muestra</u> <u>Experimental</u>
	Material volátil	33,8	38,2
	Carbón fijado	35,8	45,9
	Humedad	19,3	1,5
10	Ceniza	11,1	14,4
	Análisis último, % en peso, LHC		
	C	72,4	72,2
	H	5,3	4,3
15	N	1,6	1,5
	S	1,6	1,7
	O (por diferencia)	19,1	20,3

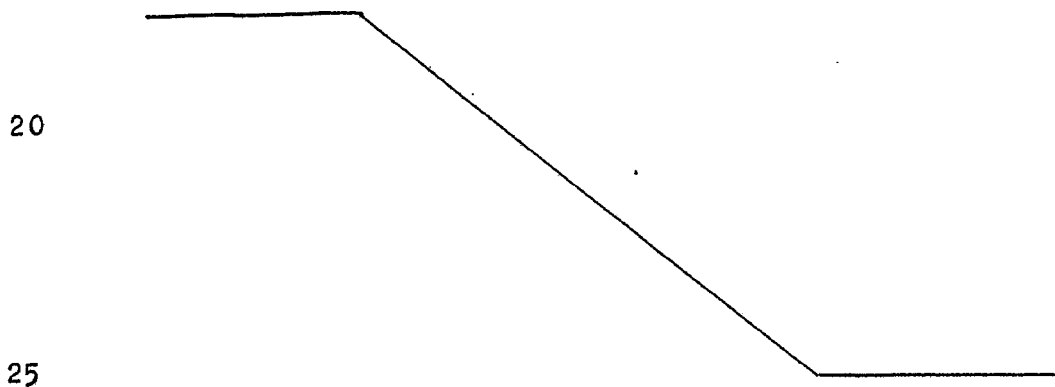


TABLA VI

CARBURACION E HIDROCARBURACION DE CARBON DEL LAGO DE SMET

Condiciones de operación

	Col. (1) Muestra Experimental	Col. (2) Muestra Experimental	Col. (3) Carbón del Lago De Smet no oxidado, no seco al aire
Gas de fluidización	Nitrógeno	Hidrógeno	Hidrógeno
Presión, Kg/cm ² manométricos	14	28	35
Temperatura, °C	515	515	539
Presión parcial de hidrógeno, kg/cm ²	ninguna	22	31,5

Rendimiento, porcentaje en peso de carbón LHC

Carbón desvolatilizado	76,6	68,9	48,4
Alquitrán	5,9	8,9	19,5
Gas	9,0	11,6	16,5
Agua	8,5	11,5	15,6
Hidrógeno	-	-0,9	-1,9
	-----	-----	-----
	100,0	100,0	100,0

Discusión de los resultados

El rendimiento del alquitrán del suministro experimental del carbón del Lago de Smet es solamente del 5,9 por ciento de carbón LHC cuando se carburizó en una atmósfera inerte como se muestra en la Columna (1), Tabla VI. El rendimiento en carbón desvolatilizado es de 76,6 por ciento. Además, la columna (2) muestra que en una atmósfera de hidrógeno, a una presión parcial de hidrógeno de 22 kg/cm^2 , el rendimiento de alquitrán aumenta hasta solamente 8,9 por ciento. La interpolación de los datos mostrados en la columna (3) obtenidos de carbón no oxidado en experiencias que se realizan en las mismas condiciones de operación, muestra que el rendimiento de alquitrán debe ser de aproximadamente 17,0 por ciento y de carbón desvolatilizado de 57,07%. El rendimiento de carbón desvolatilizado es de 68,9. Volviendo a los últimos análisis dados en la Tabla V, es evidente que el suministro experimental de carbón perdió hidrógeno, desde 5,3 a 4,3 por ciento y ganó oxígeno, desde 19,9 a 20,3 por ciento durante las operaciones de secado y molienda. El efecto adverso de oxidación sobre los rendimientos de alquitrán de estos experimentos muestra que se requiere un cuidado extremo al manejar el carbón

con el fin de obtener rendimientos máximos de los productos fenólicos.

Ejemplo XXVII

SECADO EN PRESENCIA DE OXIGENO

5 Los procedimientos de combustión para produ-
cir gases de chimenea calientes se realizan general-
mente con un exceso de oxígeno (aire) para asegurar
la combustión completa del combustible. En el diseño
de ensayo para una instalación de hidrocarburización
10 comercial, el gas de chimenea caliente que contiene
2 por ciento de oxígeno libre se emplea para secar y
calentar previamente el carbón pulverizado. Se em-
plean dos recipientes fluidizados separados, un seca-
dor que trabaja a 100°C y un precalentador que traba-
15 ja a 285°C. Se hace un estudio para definir el efec-
to al emplear un gas de chimenea que contiene 2 por
ciento de oxígeno para secar y precalentar carbón, so-
bre el rendimiento de alquitrán durante la hidrocarbu-
rización subsiguiente. El método elegido para evaluar
20 el rendimiento de alquitrán del carbón tratado es el
ensayo "Análisis de Fischer Assay". (U.S. Bureau of
Mines Bulletin 530, 1953, "Low Temperature Carboniza-
tion Assay of Coal in a Precisión Laboratory Apparatus,"
de Goodman, J.B., Gomez, M., Parry, V.F., y Landers,
25 W.S.).

1. Preparación de muestras

El carbón del Lago De Smet en este ejemplo se tomó de un bidón de 209 litros en el que el carbón había sido cubierto con agua desde el momento que se transportó. El terrón húmedo de carbón se seca en la superficie, se pulveriza, se tamiza para obtener una fracción de 40-100 mallas y se almacena bajo nitrógeno a presión positiva hasta que esté listo para empleo. Una determinación de la humedad del 29,5 por ciento muestra que este carbón no ha sido secado más que en la superficie durante la preparación, puesto que el contenido de humedad del carbón según se extrae de la mina es de aproximadamente el 30 por ciento. Las tres cuartas partes de la muestra de este carbón preparado se colocan en un bote metálico para muestras de 3,8 litros, se inunda con nitrógeno y se suelda la tapa. Esta muestra (Nº 1) se emplea para establecer el rendimiento base de alquitrán por el Análisis de Fischer. Las otras muestras, Nº 2, 3 y 4 se preparan en la unidad de hidrocarburiación antes mencionada descrita previamente en los Ejemplos IV-XXII. Las condiciones de operación pertinentes empleadas para preparar las Muestras 2, 3 y 4 son las siguientes:

25

Notas

Muestra

1. Carbón del Lago de Smet; la muestra contiene 29,6 por ciento de humedad (método del xilol) y 6,1 por ciento de ceniza.

2. Carbón seco del Lago de Smet; muestra secada a 100°C; gas de fluidización: nitrógeno. La muestra contiene 5,8 por ciento de humedad (xilol) y 8,2 por ciento de cenizas.

3. Carbón seco del Lago de Smet; muestra secada a 100°C; gas de fluidización: 2 por ciento de oxígeno y 98 por ciento de nitrógeno; la muestra contiene 4,4 por ciento de humedad (xilol) y 8,8 por ciento de cenizas.

4. Carbón seco del Lago de Smet; muestra secada a 285°C; gas de fluidización: 2 por ciento de oxígeno y 98 por ciento de nitrógeno. La muestra contiene 1,1 por ciento de humedad (xilol) y 8,6 por ciento de cenizas.

Ejemplo 25

Se determinan los rendimientos de hidrocarburo para muestras de carbón Wyodak (un carbón sub-bituminoso C de una mina a cielo abierto cerca de Gillette, Wyoming) y lignitos de Texas y Dakota

del Norte. Los resultados se comparan con los resultados obtenidos del carbón del Lago de Smet en condiciones de operación similares.

5 El aparato experimental y el procedimiento de funcionamiento son los mismos que los empleados en los Ejemplos IV-XXII y adicionalmente, se evita también la oxidación con aire del carbón y el lignito.

10 Se hicieron experimentos para determinar los rendimientos de hidrocarburización del carbón de Wyodak y los lignitos de Texas y Dakota del Norte a 70 kg/cm^2 , $510-535^\circ\text{C}$ y un tiempo de permanencia de 8 a 10 minutos. Para comparación se presentan los rendimientos de hidrocarburización del carbón del
15 Lago de Smet, en condiciones de operación similares.

Los análisis de los carbones y lignitos alimentados y los carbones desvolatilizados se dan en la Tabla VIII. Las condiciones de operación, rendimientos y consumo de hidrógeno se dan en la Tabla IX. La
20 Tabla X proporciona los rendimientos del gas y la composición. Las propiedades físicas de los alquitranes se dan en la Tabla XI.

25

	<u>Muestras</u>		
	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
Temperatura de secado, °C	100	100	285
Caudal de alimentación del carbón, g/h	250	250	580
Tiempo de permanencia, minutos	15	15	7
Gas de fluidización	Nitrógeno 98% de Nitrógeno 98% de Nitrógeno de alta 2% de Oxígeno 2% de Oxígeno pureza		
Flujo del gas, litros/hora en condiciones normales	158,5	158,5	158,5
Porcentaje en peso de oxígeno con referencia al carbón	0	1,7	0,7

El colector de carbón se dejó enfriar a la temperatura ambiente a una presión positiva de nitrógeno de elevada pureza. Las muestras frías se ensayaron por el método de análisis Fischer.

5

Resultados del análisis Fischer

Los resultados del análisis completo se dan en la Tabla VII. Los resultados del análisis pertinente se resumen como sigue:

10

		<u>Número de muestras.</u>			
		<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
15	Rendimiento en carbón desvolatilizado, % LHC	67,6	66,3	66,4	67,8
	Alquitrán y aceites ligeros, % LHC	10,4	10,3	9,6	8,8
20	% de pérdida en el rendimiento de alquitrán	--	1,0	7,7	15,4

25

Los resultados de este estudio muestran que el carbón del Lago de Smet es sensible a tan poco como el 2 por ciento de oxígeno en el gas empleado para secar y precalentar el carbón.

TABLA VII

ENSAYOS Y ANALISIS DE MUESTRAS DE CARBON DEL LAGO DE SMET DE UNION CARBIDE

Muestra	1	2	3	4
Temperatura de carburización, °C	500	500	500	500
Rendimientos de carburización, % IHC	67,6	66,3	66,4	67,7
Carbón desvolatilizado	10,3	11,6	12,0	11,2
Agua formada	9,3	9,3	8,8	7,7
Alquitrán, seco	1,1	1,1	0,9	1,0
Aceites ligeros	11,5	11,4	11,6	12,0
Gas	0,3	0,2	0,3	0,3
Sulfuro de hidrógeno	100,1	99,9	100,0	99,9
Total	100,1	100,1	100,0	100,0

TA

ENSAYOS Y ANALISIS DE PRECISION
MUESTRAS DE CARBON DEL LA

Muestra	1	1	2
Temperatura de carburización, °C	500	500	500
Rendimientos de carburización, % LHC			
Carbón desvolatilizado	67,6	67,5	66,3
Agua formada	10,3	10,4	11,6
Alquitrán, seco	9,3	9,3	9,3
Aceites ligeros	1,1	1,1	1,1
Gas	11,5	11,5	11,4
Sulfuro de hidrógeno	0,3	0,3	0,2
Total	100,1	100,1	99,9

TABLA VII

ANALISIS DE PRECISION DE CARBURIZACION EN LABORATORIO
RAS DE CARBON DEL LAGO DE SMET DE UNION CARBIDE

<u>1</u>	<u>2</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>4</u>
500	500	500	500	500	500	500
67,5	66,3	66,2	66,4	66,4	67,7	67,9
10,4	11,6	11,6	12,0	12,1	11,2	11,1
9,3	9,3	9,2	8,8	8,5	7,7	8,0
1,1	1,1	0,9	0,9	0,9	1,0	0,9
11,5	11,4	12,1	11,6	11,8	12,0	11,8
0,3	0,2	0,2	0,3	0,3	0,3	0,3
100,1	99,9	100,2	100,0	100,0	99,9	100,0

TABLA VIII

ANÁLISIS DE CARBÓN Y LIGNITOS ALIMENTADOS Y CARBÓN DESVOLATILIZADO

Carbón o Lignito	Lago de Smet	Lignito de Texas	Lignito de Dakota del Norte	Carbón desvolatilizado
				Carbón de Wyoming
Ultimos análisis, tanto por ciento en peso LHC				
Alimentación				
Elemento				
C	72,3	74,8	72,0	73,8
H	5,2	5,7	5,0	5,3
N	1,7	1,6	1,0	1,0
S	1,2	1,6	1,1	0,6
O (por diferencia)	19,6	16,3	20,9	19,3
% de ceniza y base seca	18,1	11,6	7,6	5,8
Carbón desvolatilizado hidrocarburado				
C	89,2	87,5	88,6	89,0
H	4,5	4,2	4,1	4,0
N	1,3	2,0	1,3	1,3
S	1,3	1,6	0,8	0,6
O (por diferencia)	3,7	4,7	5,2	5,1

TABLA VIII

ANALISIS DE CARBON Y LIGNITOS ALIMENTADOS Y CARBON DESVOLATILIZADO

Carbón o Lignito	Lago de Smet	Lignito de Texas	Lignito de Dakota del Norte	Carbón Wyodak
------------------	--------------	------------------	-----------------------------	---------------

Ultimos análisis, tanto por ciento en peso LHC

Alimentación

Elemento

C	72,3	74,8	72,0	73,8
H	5,2	5,7	5,0	5,3
N	1,7	1,6	1,0	1,0
S	1,2	1,6	1,1	0,6
O (por diferencia)	19,6	16,3	20,9	19,3
% de ceniza y base seca	18,1	11,6	7,6	5,8

Carbón desvolatilizado hidrocarburado

C	89,2	87,5	88,6	89,0
H	4,5	4,2	4,1	4,0
N	1,3	2,0	1,3	1,3
S	1,3	1,6	0,8	0,6
O (por diferencia)	3,7	4,7	5,2	5,1

CARBÓN DESVO LATILIZADO

Lignito de Dakota del Norte

Carbón de Wyodak

en peso LHC

72,0	73,8
5,0	5,3
1,0	1,0
1,1	0,6
20,9	19,3
7,6	5,8

arburado

88,6	89,0
4,1	4,0
1,3	1,3
0,8	0,6
5,2	5,1

TABLA IX

HIDROCARBURIZACION DE LIGNITOS Y CARBÓN DE WYODAK
CONDICIONES DE OPERACION Y RENDIMIENTOS

		<u>Condiciones de operación</u>			
5	Carbón o Lignito	Lago de Smet	Lignito de Texas	Lignito N.D.	Wyodak
10	Temperatura de hidrocarburiación, °C	511	512	510	535
10	Presión del sistema, kg/cm ² manom.	70	70	70	70
	Gas de fluidización	Hidrógeno	Hidrógeno	Hidrógeno	Hidrógeno
15	Presión parcial media de H ₂ , kg/cm ²	64	62	63	64
	Tiempo de permanencia (definido como el tiempo requerido para llenar el carburizador con alimentación de nuevo aporte a una densidad de fluidizado del 481 g/l), minutos.				
20	Duración de la experiencia, horas	8,2 7,83	8,1 6,58	9,8 7,92	9,8 8,42
	<u>Rendimientos, porcentaje en peso de alimentación LHC</u>				
25	Carbón desvolatilizado	44,0	43,0 [±]	48,3	48,1
	Alquitrán	27,6	31,2	27,0	26,9

(Continúa)

(Continuación)

	Gas	18,5	18,7	14,7	15,3 ^{***}
	Agua	14,7	9,6	15,1	11,7
5	Hidrógeno	-2,1	-2,5	-2,3	-2,0
	No considera- dos para	-2,7	0,0	-2,8	0,0
		<u>-----</u>	<u>-----</u>	<u>-----</u>	<u>-----</u>
		100,0	100,0	100,0	100,0

10 ^{**} Una cantidad desconocida de alimentación se quedó en la tolva, los rendimientos se normalizan al 100%

^{***} Gas por diferencia.

15

20

25

18-12-75

- 96 -

TABLA X

HIDROCARBURIZACION DE LIGNITOS Y CARBON DE WYODAK

RENDIMIENTOS Y COMPOSICION DEL GAS

5	Carbón o Lignito	Lago de Smet	Lignito de Texas	Lignito N.D.	Wyodak
		<u>Rendimientos de gas</u>			
	Peso del gas, Kg/Tm LHC	166,5	168,3	132,3	137,7
10	Volumen del gas, metros cúbicos normales/Tm LHC	150	164,7	129,3	136,7
		<u>Composición del gas, porcentaje en volumen</u>			
15	<u>Componente</u>				
	Metano	35,7	45,6	44,0	48,9
	Etano	11,4	12,7	11,6	11,3
	Propano	2,1	3,7	3,6	7,6
20	Monóxido de carbono	29,0	28,3	32,0	26,5
	Dióxido de carbono	21,8	9,7	8,8	5,7
	Peso molecu lar del gas formado	27,7	24,9	24,9	24,5
25					

TABLA XI

HIDROCARBURIZACION DE LIGNITOS Y CARBON DE WYODAK

ALGUNAS PROPIEDADES FISICAS DEL ALQUITRAN

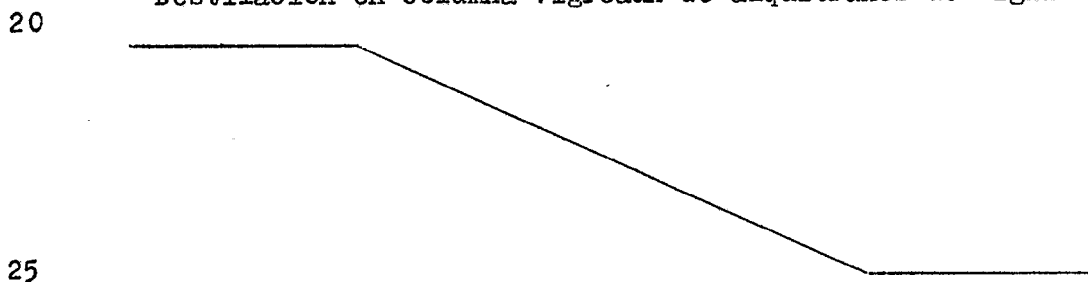
	Carbón o Lignito	Lago de Smet	Lignito de Texas	Lignito N.D.	Wyodak
5	<u>Asfalto insoluble en ciclohexano</u>				
	Porcentaje de alquitrán	21,0	21,7	26,8	17,6
10	Porcentaje de carbón IHC	5,8	6,8	7,2	4,6
	<u>Destilación del alquitrán, porcentaje en peso</u>				
	<u>Intervalo de ebullición, °C</u>				
	PBI - 110	9,3*	1,8**	3,5**	
	110 - 260	29,8	21,5	29,2	
15	260 - 320	10,9	--	--	
	260 - 340	--	17,8	16,0	
	Residuo	50,0	55,8	51,3	
	<u>Rendimiento en aceite, % de carbón IHC</u>				
	PBI - 110	2,6	0,6	1,0	
20	110 - 260	8,2	6,7	7,9	
	260 - 320	3,0	--	--	
	260 - 340	---	5,6	4,3	
	Total PBI -				
	320	13,8	--	---	
25	Total PBI -				
	340	--	12,9	13,2	

Rendimientos de fenoles y aceite neutro, % de carbón LHC
(Por extracción)

		<u>Intervalo de ebullición, °C</u>		
5	110 - 260			
	Fenoles	5,8	3,5	5,7
	Aceite neutro	2,5	3,2	2,2
	260 - 320			
	Fenoles	1,6	---	---
	Aceite neutro	1,5	---	---
10	260 - 340			
	Fenoles	---	2,4	2,5
	Aceite neutro	---	3,2	1,9
15	Fenoles totales			
	110-320	7,4	---	---
	Fenoles totales			
	110-340	---	5,9	8,2

* Destilación con reflujo en una columna rellena.

** Destilación en columna Vigreux de alquitranes de lignito.



La hidrocarburización de una muestra de lignito de Texas en una atmósfera de hidrógeno a 70 kg/cm² manométricos y 510°C dió un rendimiento de 281 kilogramos de alquitrán por tonelada de lignito libre de humedad y cenizas. Esto puede compararse a un rendimiento en alquitrán de 247 kilogramos por tonelada cuando se hidrocarburiza carbón del Lago de Smet en las mismas condiciones de operación. Un lignito de Dakota del Norte y un carbón de Wyodak dan aproximadamente el mismo rendimiento de alquitrán que el carbón del Lago de Smet.

El rendimiento de fenol de los aceites ligeros es de 52 kilogramos por tonelada de alimentación LHC para el lignito de Dakota del Norte y el carbón del Lago de Smet. El rendimiento de fenol de los aceites ligeros para el lignito de Texas es de 31,5 kilogramos por tonelada de lignito LHC.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el día 27 de Diciembre de 1974, bajo el Nº 536.850, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento para la hidrocarburi-
zación de partículas de carbón, que emplea una zona de lecho fluido de hidrocarburi-
zación que consisten esencialmente en: a) fluidizar dichas partículas con un gas no oxidante para formar una fase densa; b) po-
ner a presión dichas partículas con un gas rico en
15 hidrógeno; c) precalentar dichas partículas de car-
bón en dicha fase densa en un medio esencialmente li-
bre de oxígeno hasta una temperatura predeterminada por debajo de la temperatura a la que dichas particu-
las de carbón experimentan transformación plástica;
20 d) proporcionar un lecho fluido en dicha zona para hidrocarburi-
zación a una temperatura de reacción en-
tre aproximadamente 480°C y aproximadamente 600°C,
comprendiendo dicho lecho fluido una matriz de par-
tículas no aglomerantes a dicha temperatura de reac-
25 ción, fluidizada por un gas rico en hidrógeno y li-

bre de oxígeno; e) introducir continuamente dichas partículas de carbón y un gas transportador rico en hidrógeno y libre de oxígeno en la parte inferior de dicha zona en una dirección esencial y verticalmente ascendente, teniendo dichas partículas de carbón una velocidad suficiente para dispersarse rápida y uniformemente a dicha temperatura predeterminada, en dicha matriz; f) hacer reaccionar continuamente dichas partículas de carbón en dicha zona con hidrógeno en dicha zona a dicha temperatura de reacción para obtener un producto que comprende un vapor condensable y carbón desvolatilizado sólido; g) mantener los sólidos en dicha zona durante un tiempo de permanencia de aproximadamente 5 a aproximadamente 60 minutos y dicho vapor durante aproximadamente 10 a aproximadamente 250 segundos; h) mantener la presión parcial media de hidrógeno en dicha zona en aproximadamente 7 kg/cm^2 a aproximadamente 84 kg/cm^2 ; y i) retirar continuamente de dicha zona dicho producto en forma de vapor y dichos sólidos.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que en la etapa e), se introducen dichas partículas de carbón y dicho gas transportador por la parte sustancial y axialmente central del fondo de dicha zona.

3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 2ª, en el que dichas partículas de carbón y dicho gas transportador se introducen en la parte inferior de dicha zona por al menos una entrada que tiene una superficie constreñida de la sección transversal diseñada para acelerar dichas partículas de carbón y dicho gas transportador a dicha velocidad.

4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, en el que se introducen dichas partículas de carbón y dicho gas transportador en dicha parte inferior de dicha zona por una multiplicidad de entradas.

5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, en el que la superficie de dicha entrada por la cual fluyen dichas partículas de carbón comprende un material resistente al desgaste.

6ª.- Un procedimiento según la reivindicación 5ª, en el que dicho material resistente al desgaste es carburo de wolframio.

7ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que en la etapa g), dicho tiempo de permanencia medio de los sólidos es de aproximadamente 8 a 30 minutos.

8ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que en la etapa d), dichas partículas no aglomerantes comprenden carbón que ha reaccionado

parcialmente y partículas de carbón desvolatilizado, y en la etapa h), dicha presión parcial de hidrógeno en dicha zona está entre aproximadamente 14 kg/cm^2 y aproximadamente 56 kg/cm^2 .

5 9ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dichas partículas de carbón comprenden carbones no aglomerantes sub-bituminosos o ligníticos.

10 10ª.- Un procedimiento según la reivindicación 9ª, en el que dichas partículas de carbón no han sido expuestas en ningún momento a condiciones oxidantes antes de la hidrocarburización.

15 11ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dichas partículas de carbón son más finas de aproximadamente 8 mallas Tyler.

12ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dichas partículas de carbón comprenden carbones bituminosos aglomerantes.

20 13ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicha velocidad de las partículas de carbón es mayor de aproximadamente 60 metros por segundo.

25 14ª.- Un procedimiento según la reivindicación 13ª, en el que la velocidad de dichas partículas de carbón es mayor de aproximadamente 120 me-

tros por segundo.

5 15a.- Un procedimiento según la reivindicación 13a, que incluye además en la etapa e) introducir una corriente de aceite de recirculación en la parte inferior de dicha zona en una dirección esencial y verticalmente ascendente a una velocidad mayor de aproximadamente 60 metros por segundo.

10 16a.- Un procedimiento según la reivindicación 15a, en el que la velocidad de dicho aceite de recirculación es mayor que aproximadamente 120 metros por segundo.

15 17a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que dicha temperatura de precalentamiento predeterminada está entre aproximadamente 200°C y aproximadamente 375°C.

 18a.- Un procedimiento según la reivindicación 17a, en el que dicha temperatura de precalentamiento predeterminada está entre aproximadamente 325°C y aproximadamente 375°C.

20 19a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, que incluye además después de la etapa i) la etapa j) disminuir la temperatura de dicho producto de carbón desvolatilizado sólido a una temperatura entre aproximadamente 300°C y aproximadamente
25 375°C.

20ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la temperatura de reacción, la presión parcial de hidrógeno y el tiempo de permanencia de sólidos siguen la ecuación:

5

$$S_H = T(P)^{0,067} (t)^{0,067}$$

en donde S_H es un factor de severidad de hidrocarburización que tiene un valor de 550 a 700; T es la temperatura de hidrocarburización en °C; P es la media logarítmica de la presión parcial media de hidrógeno en dicha zona de hidrocarburización en libras por pulgada cuadrada (1 libra/pulgada² = 0,07 kg/cm²) dividida por 1000; y t es el tiempo de permanencia de sólidos en minutos.

10

21ª.- Un procedimiento según la reivindicación 20ª, en el que con el fin de hacer máximo el producto líquido total y mínimo el consumo de hidrógeno, la temperatura y el tiempo de permanencia del vapor siguen la ecuación:

15

20

$$S_c = T(\theta)^{0,048}$$

en donde S_c es un factor de severidad de craqueo del vapor que tiene un valor de 600 a 690; T es la temperatura en °C; y θ es el tiempo de permanencia medio del vapor en segundos.

25

22ª.- "UN PROCEDIMIENTO PARA LA HIDROCARBU
RIZACION DE PARTICULAS DE CARBON".

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede, representado en los dibujos que se acompa-
ñan, y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de ciento siete hojas
escritas a máquina por una sola cara.

10 Madrid,

31 DIC. 1975

P.A.

Alberto de Elizalde
Por Poder

15

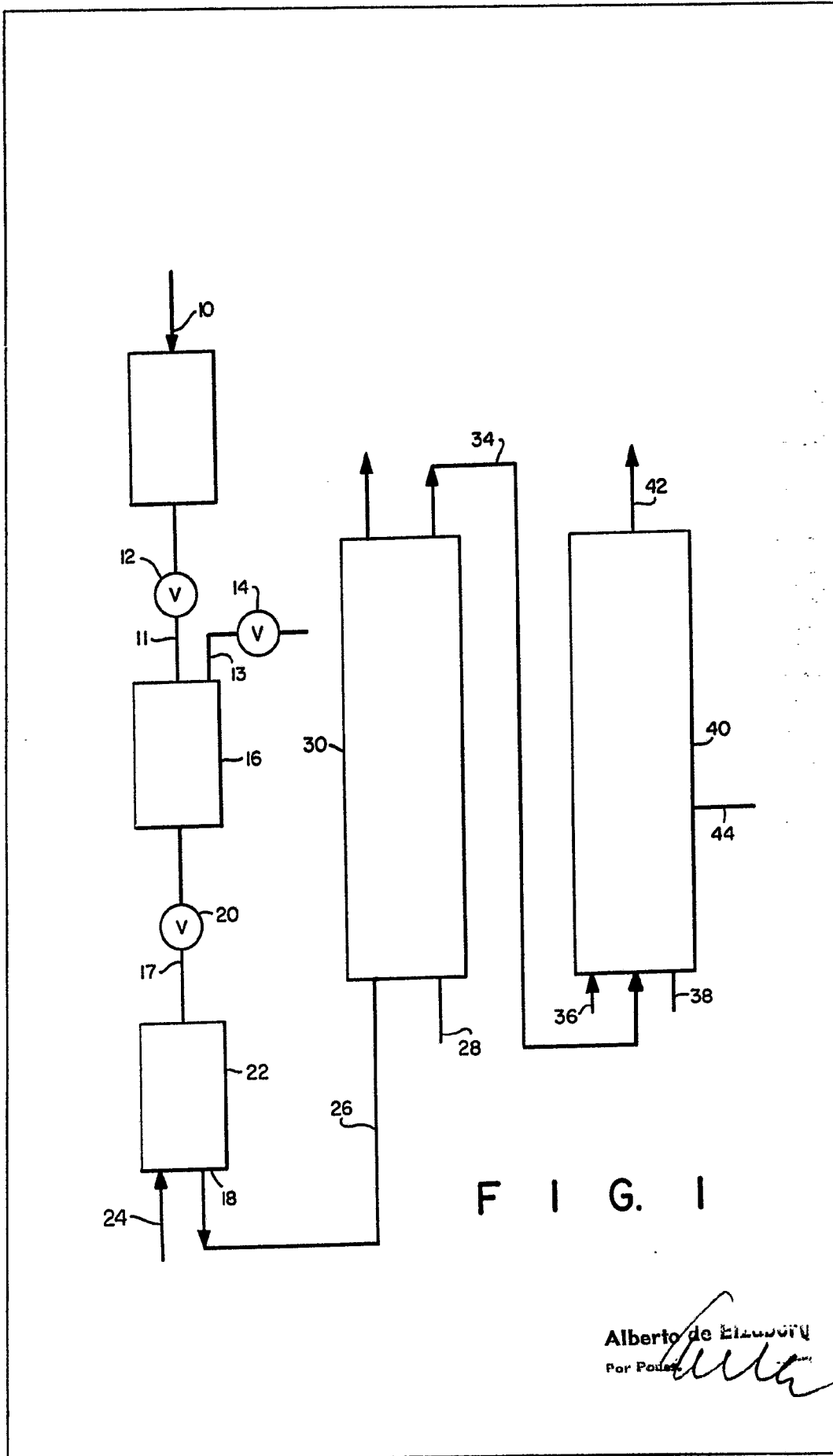
20

25

18-12-75

- 107 -

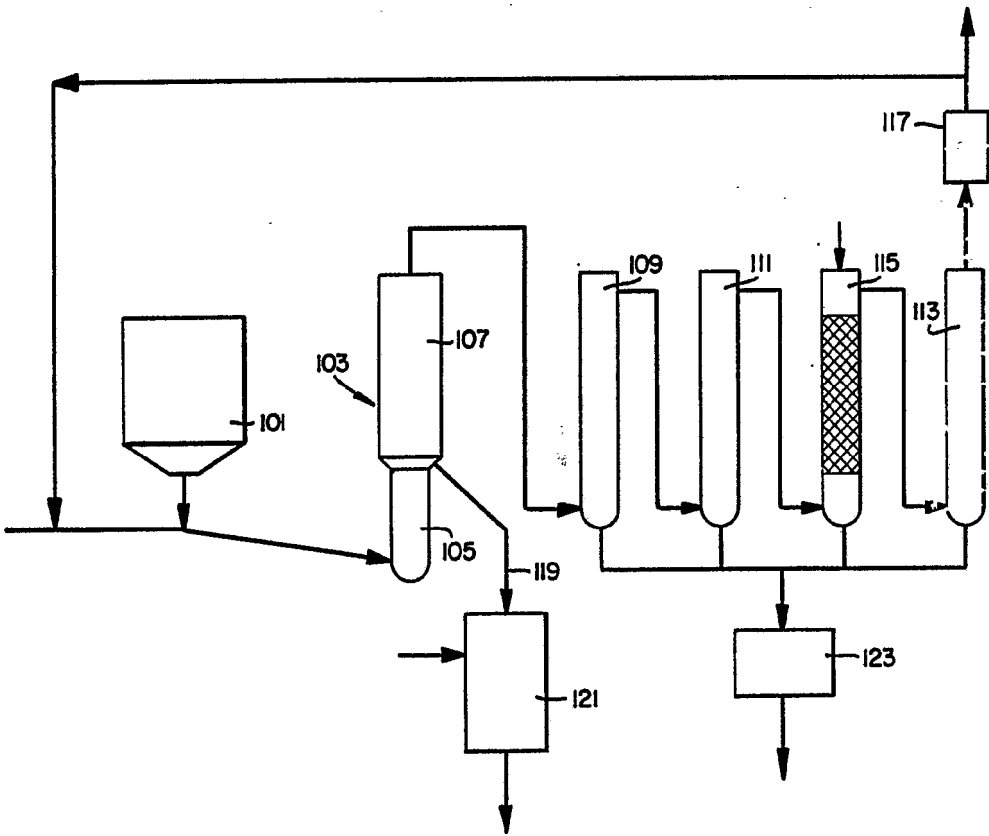
MPB.-



F I G. I

Alberto de Elizaburu
Por Poder

F I G. 2



Alberto de Elia
For Fodor.