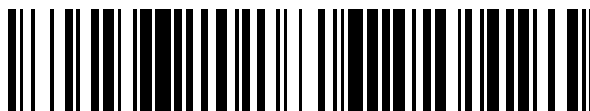


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 540 745**

51 Int. Cl.:

C10G 1/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.07.2005 E 05771295 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.04.2015 EP 1783194**

54 Título: **Un procedimiento de licuefacción directa de carbón**

30 Prioridad:

30.07.2004 CN 200410070249

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.07.2015

73 Titular/es:

**SHENHUA GROUP CORPORATION LIMITED
(50.0%)
NO.22, WEST BINHE ROAD ANDINGMEN
DONGCHENG DISTRICT
BEIJING 100011, CN y
CHINA SHENHUA COAL LIQUEFACTION
CORPORATION (50.0%)**

72 Inventor/es:

**ZHANG, YUZHUO;
SHU, GEPING;
JIN, JIALU;
CUI, MINLI;
WU, XIUZHANG;
REN, XIANGKUN;
LIANG, SHIPU;
HUANG, JIANWEI;
YUAN, MING;
GAO, JUZHONG y
ZHU, YUFEI**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 540 745 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Un procedimiento de licuefacción directa de carbón

Campo técnico

La presente invención se refiere a un procedimiento de licuefacción directa de carbón.

5 Antecedentes de la invención

En 1913, al Dr. Bergius, en Alemania, dedicado a la investigación para la producción de combustible líquido a partir de carbón o alquitrán de hulla mediante hidrogenación a presión elevada y temperatura elevada, subsiguientemente, se le concedió una patente que concierne a la tecnología de licuefacción directa de carbón, que fue la primera patente en el sector y sentó las bases de la licuefacción directa de carbón. En 1927, se construyó en Leuna la primera planta de licuefacción directa de carbón en el mundo por parte de una compañía de combustibles alemana (I. G. Farbenindustrie). Durante la Segunda Guerra Mundial, se habían construido y estaban en operación, en conjunto, 12 plantas de este tipo con una capacidad total de 423×10^4 t/año, que proveían 2/3 del combustible de aviación, el 50 % del combustible para vehículos y el 50 % del combustible para tanques al ejército alemán. El procedimiento de licuefacción directa de carbón en ese tiempo adoptaba: reactor de licuefacción de tipo burbujeo, filtro o centrifugadora para la separación sólido-líquido, catalizador de mineral natural que contiene hierro. Debido a que el disolvente de reciclado separado en la etapa de filtración o centrifugación contenía menos asfalteno reactivo, además de la baja actividad del catalizador de licuefacción, las condiciones de operación de la reacción de licuefacción eran muy severas, la presión de operación era de aproximadamente 70 MPa y la temperatura de operación de aproximadamente 480 °C.

Después de la Segunda Guerra Mundial, todas las plantas de licuefacción de carbón de Alemania se cerraron. La crisis del petróleo de los primeros años de la década de 1970 forzó a los países desarrollados a prestar atención a la búsqueda de sustitutos al petróleo, por lo que se estudiaron y se desarrollaron muchas nuevas tecnologías para la licuefacción directa de carbón.

En los primeros años de la década de 1980, se desarrolló el procedimiento H-COAL en Estados Unidos. En el procedimiento H-COAL se usó un reactor de lecho suspendido con circulación forzada, la presión de operación fue de aproximadamente 20 MPa y la temperatura de operación de aproximadamente 455 °C. El catalizador usado fue Ni-Mo o Co-Mo con $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ como vehículo, que era el mismo que el catalizador de hidrotratamiento usado en el procesamiento de petróleo. El disolvente de reciclado se separó mediante hidrociclón y destilación al vacío. Por medio del reactor de lecho suspendido con circulación forzada y el catalizador de hidrotratamiento usados en el procedimiento, la temperatura de reacción pudo controlarse fácilmente y estabilizarse la calidad de los productos. No obstante, en el sistema de reacción de licuefacción de carbón, el catalizador de hidrotratamiento, usado originariamente para el procesamiento de petróleo, se desactivó rápidamente y tuvo que reemplazarse en un periodo corto de tiempo, lo que tuvo como consecuencia un alto coste de los productos de aceite líquidos.

El procedimiento IGOR⁺ se desarrolló en los últimos años de la década de 1980 en Alemania. Usaba un reactor de tipo burbujeo, una torre de vacío para recuperar el disolvente de reciclado y un reactor de hidrotratamiento de lecho fijo en línea para hidrogenar tanto el disolvente de reciclado como productos a distintos niveles. Se usaron lodos rojos como catalizador del procedimiento. Debido a que el procedimiento usaba disolvente de reciclado hidrogenado, la suspensión de carbón preparada de este modo tenía unas características estables y una concentración de carbón alta. Además, pudo precalentarse fácilmente y pudo intercambiar calor con gases procedentes del separador de alta temperatura, lográndose así una tasa de recuperación de calor elevada. No obstante, debido a la baja actividad catalítica de los lodos rojos, los parámetros de operación adoptados fueron también bastante severos. Las condiciones de operación típicas fueron las siguientes: presión de reacción 30 MPa, temperatura de reacción 470 °C. El reactor de hidrotratamiento en línea de lecho fijo tenía aún el riesgo de un ciclo de operación corto debido a la desactivación del catalizador por coquización. Además, la precipitación de sales de calcio en el reactor de tipo burbujeo fue inevitable cuando el contenido en calcio de la alimentación de carbón era elevado.

En los últimos años de la década de 1990, se desarrolló en Japón el procedimiento NEDOL. Mochida y col., por ejemplo, divulgan que los reactores de licuefacción usados en el procedimiento NEDOL y el procedimiento NBCL son todos reactores de una etapa de tipo de flujo ascendente (Catalysis Survey from Japan, Progress of coal liquefaction catalysts in Japan, Baltzer Science Publisher, 1998, páginas 17-30). En el procedimiento NEDOL se usó también un reactor de tipo burbujeo, el disolvente de reciclado se preparó mediante destilación al vacío y se hidrotrató en un reactor de hidrogenación de lecho fijo fuera de línea, y se usó pirita ultrafina ($0,7 \mu$) como catalizador de licuefacción. En el procedimiento, todo el disolvente donante de hidrógeno de reciclado se hidrogenó; así las propiedades de la suspensión de carbón eran estables y pudo prepararse con una concentración elevada de carbón. Además, la suspensión de carbón pudo pretratarse fácilmente y pudo intercambiarse calor con gases procedentes del separador de alta temperatura. Por lo tanto, se logró una tasa de recuperación de calor elevada. Adicionalmente, las condiciones de operación del procedimiento fueron relativamente suaves, por ejemplo, las condiciones típicas de operación fueron las siguientes: presión de reacción 17 MPa, temperatura de reacción 450 °C. No obstante, debido a la dureza del mineral de pirita, fue bastante difícil pulverizarla en un polvo superfino, por lo que el coste de

preparación del catalizador fue elevado. Para un reactor de tipo burbujeo, debido a su alto factor de retención de gases, su tasa de utilización del volumen de reactor fue baja. Además, debido a la baja velocidad del líquido en el reactor, puede tener lugar la precipitación de minerales orgánicos, y para el reactor de hidrotatamiento de lecho fijo usado en el procedimiento, aún existía el riesgo de un ciclo de operación corto.

5 Existen patentes relacionadas con la licuefacción de carbón, como por ejemplo la patente de Estados Unidos 4.465.584 que divulga un reactor de licuefacción en el que el efluente se hace pasar hacia arriba en flujo de pistón. No solo puede usarse un reactor de licuefacción sencillo según la presente invención, sino también una pluralidad de reactores, pudiendo disponerse los reactores en paralelo o en serie. La patente de Estados Unidos 4.400.263
10 divulga un procedimiento para convertir carbón y/u otros materiales hidrocarbonáceos en productos líquidos más valiosos, en el que se usa un reactor de lecho catalítico ebullente. Los productos de reacción se envían después a un separador en el que se separan productos en fase vapor y destilados a partir de los residuos de dichos productos de reacción. Los productos en fase vapor y destilados se introducen en un aparato de hidrotatamiento de lecho catalítico fijo en el que dichos productos se hidrogenan adicionalmente. Los productos en fase vapor y destilados
15 hidrogenados procedentes de dicho aparato de hidrotatamiento se envían a un fraccionador atmosférico en el que los productos combinados se fraccionan en productos líquidos separados. Los productos residuales procedentes de dicho separador se hacen pasar a través de recipientes vaporizadores atmosféricos y al vacío sucesivamente, en los que los destilados se retiran por evaporación y se combinan con los productos en fase vapor y destilados que se van a hidrogenar. Los productos residuales no separados se transfieren a una centrifugadora para retirar una porción sustancial de sólidos y el aceite residual se recicla al reactor para la preparación de la suspensión de carbón. La
20 patente de Estados Unidos 6.190.542 divulga reactores catalíticos de retromezclado de dos etapas que están dispuestos en serie y se usan para la reacción de licuefacción, en la que el efluente de reacción procedente del reactor catalítico de retromezclado de la primera etapa está a una presión reducida, se retiran el vapor y la fracción de destilado ligera por la cabeza y la fracción líquida pesada se alimenta al reactor de segunda etapa para someterla a reacciones posteriores. Por lo tanto, el reactor de primera etapa puede retromezclarse mecánicamente mediante
25 un medio de recirculación por bombeo interno o mediante otros dispositivos de mezclado mecánico adecuados para reactores presurizados y el reactor de segunda etapa se retromezcla usando bien un conducto procedente desde abajo conectado a una bomba de reciclado interna y que incluye una placa de distribución de flujo o bien mediante una configuración de flujo de retromezclado eficaz similar.

Sumario de la invención

30 El objetivo de la invención es proporcionar un procedimiento de licuefacción directa de carbón que podría operarse en continuo durante un periodo largo de tiempo con una tasa de utilización elevada del volumen de reactor y la capacidad de prevenir la sedimentación del material mineral. Además, podría operarse en condiciones de reacción suaves con un rendimiento máximo de productos líquidos que tienen una calidad elevada para un procesamiento posterior.

35 El procesamiento de licuefacción directa de carbón comprende las etapas siguientes:

(1) preparar una suspensión de carbón a partir de carbón bruto, mediante secado y pulverización de carbón bruto en una unidad de pretratamiento, procesar el carbón bruto para dar un polvo de carbón con un tamaño de partícula designado; procesándose el polvo de carbón formado en la unidad de pretratamiento con una materia
40 prima catalítica para dar un catalizador de licuefacción de carbón superfino en una unidad de preparación de catalizador y mezclándose el polvo de carbón formado en la unidad de pretratamiento y el catalizador de licuefacción de carbón conjuntamente con un disolvente donante de hidrógeno para formar la suspensión de carbón en una unidad de preparación de suspensión;

(2) pretratar la suspensión de carbón mezclando conjuntamente y precalentando la suspensión de carbón e hidrógeno y después del precalentamiento hacer pasar la mezcla de suspensión de carbón e hidrógeno a un
45 primer reactor de lecho suspendido con circulación forzada para que experimente la reacción de licuefacción para formar un efluente de salida; mezclar el efluente de salida procedente del primer reactor de lecho suspendido con hidrógeno de reposición y después hacer pasar la mezcla del efluente de salida e hidrógeno de reposición a un segundo reactor de lecho suspendido con circulación forzada para que experimente otra reacción de licuefacción;

(3) separar el efluente de reacción en un separador para formar una fase líquida y una fase gaseosa, fraccionándose la fase líquida en una torre atmosférica para dar una fracción de aceite ligera y un producto de
50 fondo;

(4) alimentar el producto de fondo a una torre de vacío para separarlo en un destilado y un residuo;

(5) mezclar la fracción de aceite ligera y el destilado para formar una mezcla, después alimentar la mezcla a un
reactor de hidrotatamiento de lecho suspendido con circulación forzada para la hidrogenación;

55 (6) fraccionar los productos hidrogenados para dar productos de aceite y un disolvente de reciclado donante de hidrógeno.

En la invención, el catalizador de licuefacción de carbón es γ -FeOOH. Según el procedimiento de la invención, los reactores de lecho suspendido se operan en las condiciones siguientes:

temperatura de reacción: 430 – 465 °C;

presión de reacción: 15 - 19 MPa;

5 relación gas/líquido: 600 - 1000 NI/kg;

velocidad espacial de suspensión de carbón: 0,7 - 1,0 t/m³ h;

tasa de adición de catalizador: Fe/carbón seco = 0,5 - 1,0 % en peso

Según la invención, el tamaño de partícula del catalizador de licuefacción (γ -FeOOH) tiene un diámetro de 20 - 30 Nm y una longitud de 100 - 180 Nm; S está presente en el catalizador y S/Fe=2 (relación molar).

10 Según el procedimiento, la separación gas-líquido de la etapa (3) comprende además preferentemente las etapas siguientes: (a) el efluente de reacción se envía a un separador de alta temperatura para separarlo en una fase gaseosa y una fase líquida, controlándose la temperatura del separador de alta temperatura a 420 °C; (b) la fase gaseosa procedente del separador de alta temperatura se envía a un separador de baja temperatura para una
15 separación adicional en gas y líquido, controlándose la temperatura del separador de baja temperatura a temperatura ambiente.

Según el procedimiento, las condiciones de operación de hidrotratamiento en la etapa (5) son preferentemente las siguientes:

temperatura de reacción: 330 – 390 °C;

presión de reacción: 10 - 15 MPa;

20 relación gas/líquido: 600 - 1000 NI/kg;

velocidad espacial: 0,8 – 2,5 h⁻¹.

El disolvente donante de hidrógeno mencionado anteriormente se deriva del producto de aceite de licuefacción hidrogenado, con un intervalo de punto de ebullición de 220 – 450 °C. El residuo de vacío tiene un contenido en sólidos del 50 – 55 % en peso.

25 El intervalo de punto de ebullición de la mezcla de la fracción de aceite ligero procedente de la torre atmosférica y el destilado de la torre de vacío es C5 - 530°C.

Además el reactor de hidrotratamiento de lechos suspendido con circulación forzada está equipado con elementos interiores y una bomba de circulación está instalada adyacentemente al fondo del reactor. El catalizador presente en el reactor puede reemplazarse en operación.

30 La presente invención proporciona un procedimiento de licuefacción de carbón directo con las características siguientes: el catalizador de licuefacción adoptado es de alta actividad; el disolvente de reciclado donante de hidrógeno, el reactor de lecho suspendido con circulación forzada y el reactor de hidrotratamiento de lecho suspendido con circulación forzada están adaptados al procedimiento; el asfalteno y el sólido se separan mediante
35 destilación al vacío. Por lo tanto, pudo lograrse una operación estable y a largo plazo y una tasa de utilización alta del volumen del reactor en el procedimiento. Además, el procedimiento pudo realizarse en unas condiciones de reacción suaves, previniendo eficazmente la sedimentación de material mineral, y pudieron obtenerse simultáneamente los objetivos de maximización de rendimiento de aceite líquido y de provisión de materias primas de alta calidad para el procesamiento posterior.

Descripción de figuras

40 Con referencia a la figura adjunta es más fácil de entender la solución técnica de la invención.

La Fig. 1 es un diagrama de flujo de una realización de la invención.

Descripción detallada de la invención

Los números de referencia presentados en la figura 1 representan respectivamente: 1. Alimentación de carbón bruto; 2. Unidad de pretratamiento de carbón; 3. Materia prima catalítica; 4. Unidad de preparación del catalizador; 5.
45 Unidad de preparación de la suspensión; 6. Hidrógeno; 7. Primer reactor de lecho suspendido con circulación forzada; 8. Segundo reactor de lecho suspendido con circulación forzada; 9. Separador de alta temperatura; 10. Separador de baja temperatura; 11. Fraccionador atmosférico; 12. Fraccionador de vacío; 13. Reactor de hidrotratamiento de lecho suspendido con circulación forzada; 14. Separador gas-líquido; 15. Fraccionador de producto; 16. Disolvente donante de hidrógeno.

Con referencia a la figura 1, se seca la alimentación de carbón bruto 1 y se pulveriza en la unidad de pretratamiento de carbón 2 para formar un polvo de carbón con un tamaño de partícula designado. El polvo de carbón formado en la unidad de pretratamiento 2 se procesa con una material prima catalítica 3 para formar un catalizador de licuefacción de carbón superfino en una unidad de preparación de catalizador 4. La material prima catalítica 3 se procesa para preparar el catalizador requerido con partículas superfinas en la unidad de preparación de catalizador 4. El polvo de carbón y el catalizador se mezclan conjuntamente con el disolvente donante de hidrógeno 16 para formar la suspensión de carbón en la unidad de preparación de suspensión de carbón 5. La suspensión de carbón y el hidrógeno 6 después del mezclado y el precalentamiento se introduce en el primer reactor de lecho suspendido 7 con circulación forzada. El efluente de salida procedente del primer reactor después del mezclado con el hidrógeno de reposición se introduce en el segundo reactor de lecho suspendido 8 con circulación forzada. El efluente de reacción procedente del segundo reactor 8 se introduce en el separador de alta temperatura 9 y se separa en gas y líquido. La temperatura del separador de alta temperatura 9 se controla a 420 °C. La fase gaseosa procedente del separador de alta temperatura 9 se introduce en el separador de baja temperatura 10 para separar adicionalmente en gas y líquido, operándose el separador de baja temperatura a temperatura ambiente. El gas procedente del separador de baja temperatura 10 se mezcla con hidrógeno y se recicla para su reutilización, mientras que el gas de desecho se descarga del sistema. Los líquidos procedentes del separador de alta temperatura 9 y el separador de baja temperatura 10 se introducen en la torre atmosférica 11 para separar las fracciones ligeras. El material de fondo de la torre se envía a la torre de vacío 12 para retirar asfalteno y sólidos. El material de fondo de la torre de vacío es el denominado residuo de vacío. Para descargar el residuo de fondo libremente a una determinada temperatura, se controla el contenido sólido del residuo al 50 – 55 % en peso. Los destilados, tanto de la torre atmosférica 11 como de la torre de vacío 12 después del mezclado con hidrógeno 6 se envían al reactor de hidrot ratamiento de lecho suspendido 13 con circulación forzada para mejorar la propiedad donante de hidrógeno del disolvente mediante hidrogenación. Debido al alto contenido de compuestos aromáticos polinucleares y de átomos heterogéneos y la complejidad de la estructura del aceite líquido de carbón, el catalizador de licuefacción se desactiva fácilmente por coquización. Usando el reactor de hidrot ratamiento de lecho suspendido con circulación forzada, el catalizador pudo desplazarse periódicamente y el tiempo en servicio pudo prolongarse indefinidamente; pudo evitarse el riesgo de aumento de la caída de presión debido a la coquización. El material de salida del reactor de hidrot ratamiento de lecho suspendido 13 con circulación forzada se introduce en el separador 14 para separar en gas y líquido. La fase gaseosa procedente del separador 14 después del mezclado con hidrógeno se recicla y el gas de desecho se descarga del sistema. La fase líquida procedente del separador 14 se introduce en el fraccionador de producto 15, en el que se separan productos y disolvente donante de hidrógeno. Los destilados de gasolina y diésel son los productos finales.

El polvo de carbón mencionado anteriormente es bien carbón marrón o bien carbón bituminoso de bajo rango con un contenido de agua del 0,5-4,0 % en peso y un tamaño de partícula $\leq 0,15$ mm.

En el procedimiento, el catalizador usado es γ -FeOOH superfino, con un diámetro de 20-30 Nm y una longitud de 100-180 Nm. Se añade simultáneamente azufre S/Fe=2 (relación molar). Debido a la alta actividad del catalizador, su tasa de adición es baja, Fe/carbón seco = 0,5-1,0 % en peso, siendo la tasa de conversión del carbón en el procedimiento elevada. Ya que se transporta al exterior menos aceite por el catalizador contenido en el residuo, el rendimiento de aceite se aumenta correspondientemente.

El disolvente de reciclado donante de hidrógeno en el procedimiento procede del aceite líquido de carbón hidrogenado con un intervalo de ebullición de 220 – 450 °C. Debido a que el disolvente está hidrogenado, es bastante estable y es fácil de formar una suspensión con una concentración de carbón alta (45 – 55 % en peso), buena fluidez y baja viscosidad (< 400 cP a 60 °C). Mediante hidrogenación, el disolvente tiene una propiedad donante de hidrógeno muy buena. Además, el uso de catalizador de licuefacción muy activo tiene como consecuencia unas condiciones de reacción suaves, tales como una presión de reacción de 17-19 MPa y una temperatura de reacción de 440 - 465 °C. Debido a que el disolvente de reciclado está hidrogenado, este posee una propiedad donante de hidrógeno muy buena y pudo prevenir la condensación de fragmentos de radicales libres durante la pirólisis de carbón y, por lo tanto, se evita la formación de coque, el ciclo de operación se prolonga y simultáneamente se aumenta la tasa de utilización de calor.

En el procedimiento, el uso del reactor de lecho suspendido con circulación forzada da como resultado una retención de gas baja y una tasa de uso elevada del volumen líquido del reactor. Además, debido a la aplicación de una bomba de circulación forzada, la velocidad de líquido alta se mantiene y no tiene lugar la precipitación de las sales minerales. Según una realización preferente de la invención, se adoptan dos reactores suspendidos con circulación forzada. Debido al retromezclado dentro de los reactores, los perfiles de temperatura axial de los reactores pudo ser bastante uniforme, y la temperatura de reacción pudo controlarse fácilmente sin necesidad de usar hidrogeno desactivador inyectado desde corrientes laterales del reactor. Por lo tanto, la calidad del producto del procedimiento es bastante estable. Debido a la baja retención de gases del reactor de lecho suspendido con circulación forzada, la tasa de uso del volumen líquido del reactor es alta. Debido a la alta velocidad del líquido, no habrá presencia de depósitos de sales minerales en el reactor.

Según otra realización preferente de la invención, pudieron retirarse eficazmente asfalteno y sólidos mediante destilación al vacío. La destilación al vacío es un procedimiento maduro y eficaz para retirar asfalteno y sólidos. El destilado de la destilación al vacío no contiene asfalteno y podría ser una materia prima cualificada para la

preparación de disolvente de reciclado con una propiedad donante de hidrógeno alta después de la hidrogenación. El residuo de la destilación al vacío tiene un contenido sólido del 50-55 % en peso. Debido a que el catalizador usado tiene una actividad elevada, la velocidad de adición del catalizador en el procedimiento es baja, el contenido de aceite del residuo es también bajo y pudieron obtenerse más fracciones diésel.

5 Según otra realización preferente de la invención, el disolvente de reciclado y los productos de aceite se hidrogenan en un reactor de hidrotratamiento de lecho suspendido con circulación forzada. Debido a que el reactor de hidrotratamiento pertenece a los reactores de tipo de flujo ascendente, el catalizador presente en el reactor pudo reemplazarse periódicamente, lo que tendrá como consecuencia una propiedad donante de hidrógeno buena del disolvente de reciclado después de la hidrogenación y una calidad del producto estable. Además, el ciclo de
10 operación pudo prolongarse indefinidamente y el riesgo de caída de presión producido por la coquización pudo eliminarse.

Según una realización preferente de la invención, se realiza un ensayo de licuefacción de carbón directa usando un carbón bituminoso de bajo rango como materia prima, y las condiciones de operación y los resultados del ensayo son los siguientes: Condiciones de operación del ensayo:

15 Temperatura del reactor: 1^{er} reactor 455 °C, 2^o reactor 455 °C;

Presión del reactor: 1^{er} reactor 19,0 MPa, 2^o reactor 19,0 MPa;

Concentración de carbón en suspensión: 45/55 (carbón seco/disolvente, relación en masa);

Tasa de adición de catalizador: Catalizador de licuefacción: 1,0 % en peso (Fe/carbón seco);

Tasa de adición de azufre: S/Fe = 2 (relación molar);

20 Gas/líquido: 1000 NI/kg de suspensión;

Hidrógeno en el gas de reciclado: 85 % en volumen.

Los resultados de la licuefacción directa de carbón de un carbón bituminoso de bajo rango en una unidad de ensayo CFU de la invención se muestran en la tabla 1, en la que las cifras de la tabla se basan en carbón MAF. Los resultados del mismo tipo de carbón analizado en otra CFU de licuefacción directa de carbón se muestran en la tabla
25 2, en la que las cifras de la tabla 2 se basan también en carbón MAF.

Tabla 1. Resultados de la licuefacción directa de carbón de un carbón bituminoso de bajo rango en una unidad CFU

	% de conversión	Rendimiento de aceite %	Rendimiento de gas %	Rendimiento de H ₂ O %	Residuo orgánico %	% de consumo de H ₂
Procedimiento de la invención	91,22	57,17	13,11	12,51	23,99	6,8

Tabla 2. Resultados de la licuefacción directa de carbón de un carbón bituminoso de bajo rango en una unidad CFU

30

	% de conversión	Rendimiento de aceite %	Rendimiento de gas %	Rendimiento de H ₂ O %	Residuo orgánico %	% de consumo de H ₂
Procedimiento de la técnica anterior	89,69	52,84	17,89	7,3	28,1	6,75

Mediante comparación de la tabla 1 y la tabla 2 es evidente que tanto la tasa de conversión como el rendimiento de aceite de la invención son superiores a los de la técnica anterior. También pudieron lograrse un rendimiento de residuo orgánico más reducido y un mejor efecto de licuefacción.

35

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de licuefacción directa de carbón, comprendiendo el procedimiento las etapas siguientes:

- 5 (1) preparar una suspensión de carbón a partir de carbón bruto, mediante secado y pulverización de carbón bruto en una unidad de pretratamiento, procesar el carbón bruto para dar un polvo de carbón con el tamaño de partícula designado, por lo que el polvo de carbón formado en la unidad de pretratamiento es procesado con una materia prima catalítica para dar un catalizador de licuefacción de carbón superfino en una unidad de preparación de catalizador y en el que el polvo de carbón formado en la unidad de pretratamiento y el catalizador de licuefacción de carbón conjuntamente con un disolvente donante de hidrógeno son mezclados para formar la suspensión de carbón en una unidad de preparación de suspensión;
- 10 (2) pretratar la suspensión de carbón mezclando conjuntamente y precalentando la suspensión de carbón e hidrógeno y después del precalentamiento se hace pasar la mezcla de suspensión de carbón e hidrógeno a un primer reactor de lecho suspendido con circulación forzada para que experimente la reacción de licuefacción para formar un efluente de salida; mezclar el efluente de salida procedente del primer reactor de lecho suspendido con hidrógeno de reposición y después hacer pasar la mezcla del efluente de salida e hidrógeno de reposición a un
- 15 (3) separar el efluente de reacción procedente del segundo reactor de lecho suspendido en un separador para formar una fase líquida y una fase gaseosa, fraccionándose la fase líquida en una torre atmosférica para dar una fracción de aceite ligera y un producto de fondo;
- (4) alimentar el producto de fondo de la torre atmosférica a una torre de vacío para separarlo dando un destilado y un residuo;
- 20 (5) mezclar la fracción de aceite ligera y el destilado para formar una mezcla, después alimentar la mezcla a un reactor de hidrot ratamiento de lecho suspendido con circulación forzada para la hidrogenación;
- (6) fraccionar los productos de hidrogenación dando productos de aceite y un disolvente de reciclado donante de hidrógeno,
- 25 en el que el catalizador de licuefacción de carbón es γ -FeOOH, y en el que el catalizador de licuefacción de carbón tiene un diámetro de 20 - 30 Nm y una longitud de 100 - 180 Nm, en el que el azufre está presente en el catalizador en una relación molar S/Fe = 2, y

en el que los reactores de lecho suspendido se operan en las condiciones siguientes:

- temperatura de reacción: 430 - 465 °C
- 30 presión de reacción: 15 - 19 MPa;
- relación gas/líquido: 600 - 1000 NI/kg;
- velocidad espacial de la suspensión: 0,7 - 1,0 t/m³ h;
- tasa de adición de catalizador: Fe/carbón seco = 0,5 - 1,0 % en peso

2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa (3) comprende las etapas siguientes:

- 35 (a) enviar el efluente de reacción a un separador de alta temperatura para separarlo en una fase gaseosa y una fase líquida, controlándose la temperatura del separador de alta temperatura a 420 °C;
- (b) enviar la fase gaseosa procedente del separador de alta temperatura a un separador de baja temperatura para una separación adicional en gas y líquido, controlándose la temperatura del separador de baja temperatura a temperatura ambiente.

40 3. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que las condiciones de reacción de hidrogenación en la etapa (5) son las siguientes:

- temperatura de reacción: 330 - 390 °C;
- presión de reacción: 10 - 15 MPa;
- relación gas/líquido: 600 - 1000 NI/kg;
- 45 velocidad espacial: 0,8 - 2,5 h⁻¹

4. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el disolvente donante de hidrógeno de reciclado es un producto de aceite licuefactado hidrogenado con un intervalo de punto de ebullición de 220 - 450 °C.

ES 2 540 745 T3

5. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el residuo procedente de la torre de vacío tiene un contenido en sólidos del 50 - 55 % en peso.
6. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la mezcla de la fracción de aceite ligera procedente de la torre atmosférica y el destilado de vacío tiene un intervalo de punto de ebullición de C5 - 530 °C.
- 5 7. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el reactor de hidrotratamiento de lecho suspendido con circulación forzada es un reactor equipado con elementos interiores, una bomba de circulación está instalada adyacentemente al fondo del reactor y el catalizador presente en el reactor puede reemplazarse en operación.

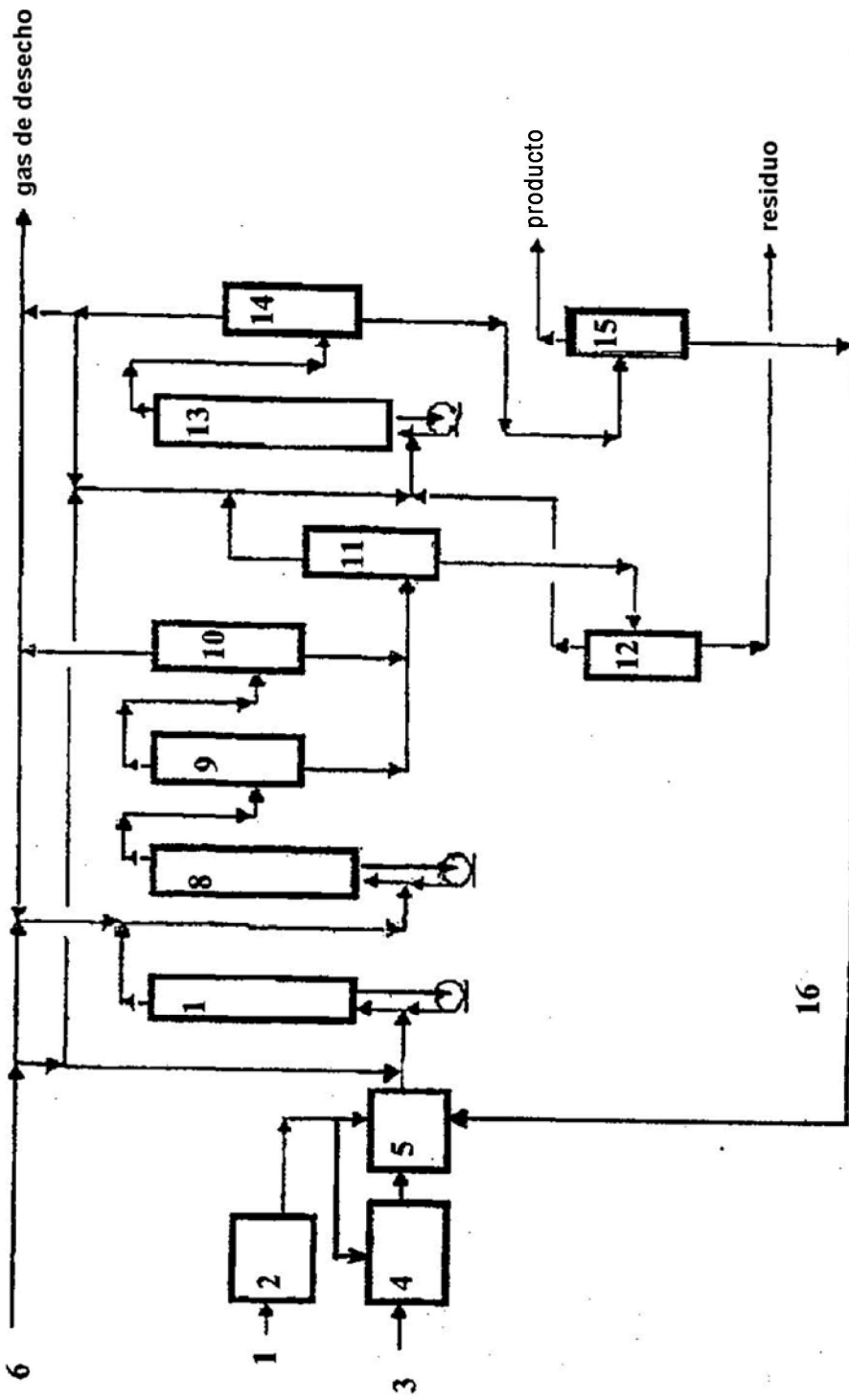


Fig. 1