

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 655 731**

51 Int. Cl.:

C10L 5/44 (2006.01)

B01J 3/04 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.03.2011 PCT/IB2011/051246**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.09.2011 WO11117837**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.03.2011 E 11758907 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.11.2017 EP 2574196**

54 Título: **Método para tratar mezclas de sólido-fluido**

30 Prioridad:

24.03.2010 DE 102010012613

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

21.02.2018

73 Titular/es:

**ANTACOR LTD. (100.0%)
Whitehall Mansions Level 2, Ta' Xbiex Seefront
Ta' Xbiex, XBX 1026, MT**

72 Inventor/es:

**PEUS, DOMINIK y
LÜBBE, STEPHAN**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 655 731 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

Método para tratar mezclas de sólido-fluido

5 Área técnica

La carbonización hidrotermal (HTC), un método químico para la producción simple y altamente eficaz de hidrocarbón que también se denomina hidrocarbón, biocarbón o carbón verde que es similar al carbón negro o marrón, humus o turba, fue descrita por primera vez con detalle en 1913 por el premio Nobel alemán Friedrich Bergius. Este proceso de HTC imita el proceso de coalificación natural (es decir, el proceso natural de conversión de material de plantas muertas y biomásas en ácido húmico y turba, a continuación en carbón marrón y por último en carbón negro) en unas pocas horas. Los experimentos sistemáticos fueron realizados por E. Berl *et al.* (Ann. Chem. 493 (1932), pp. 97-123; Angew. Chemie 45 (1932), pp. 517-519) y por J.P. Schumacher *et al.* (Fuel, 39 (1960), pp. 223-234) y más recientemente por el Profesor Markus Antonietti del Max-Planck-Institute of Colloids and Interfaces en Potsdam, cerca de Berlín.

La biomasa se calienta junto con agua a aproximadamente 180 °C y 1500 - 2000 kPa de presión. En unas pocas horas esta se convierte en una suspensión que contiene hidrocarbón. Las diferentes fases de la reacción química se dividen cronológicamente en una fase de calentamiento, fase de despolimerización, fase de reestructuración y fase de estabilización. La reacción de conversión química es exotérmica liberando hasta un 34 por ciento de la energía contenida en las materias primas y en particular en el material que contiene sacáridos. La suspensión de carbono tiene, después de la reacción, en comparación con las materias primas o sustancias de partida, propiedades ventajosas debido a cambios químicos moleculares y estructurales, lo que permite una deshidratación rápida y simple, secado y si fuera necesario también una trituración posterior con un gasto de energía mínimo. Durante la reacción, el hidrógeno y el oxígeno se liberan en forma de agua, que es un subproducto principal de este proceso. En comparación con el material de partida, el contenido molecular relativo de carbono (C) aumenta y el contenido de oxígeno (O), azufre (S), potasio (K) y cloro (Cl) y cenizas disminuye. En comparación con la materia prima, el hidrocarbón posee un mayor valor de combustión. Se puede usar como combustible y en la actualidad se discuten otros usos tales como la mejora del suelo.

La biomasa es el convertidor de carbono más importante con la mayor eficacia para capturar CO₂ de la atmósfera. Por lo tanto, solo la biomasa puede formar la base para la formación de sistemas de energía que de hecho reducen el carbono y que son capaces de eliminar nuestras emisiones del pasado. Para la formación de un lecho de carbono de este tipo, el carbono se tiene que unir mediante un método con una eficacia de carbono suficientemente elevada. La eficacia del carbono representa un indicador importante de la eficacia de cualquier proceso de conversión de biomasa, ya que indica el porcentaje del carbono contenido en la materia prima, que permanece unido en el producto final o combustible. La eficacia de carbono de la HTC de hasta un 90 % se compara favorablemente con otros procesos de conversión de biomasa tales como la producción de biogás por fermentación (~ 50 %), gasificación de madera (~ 30 %) y compostaje (~ 10 %).

Como resultado de un análisis comparativo de diferentes métodos de conversión de biomasa, se encontró que la HTC tiene el potencial de reducir la liberación global de CO₂ considerablemente en el futuro (Peter Brandt, J. Verbr. Lebensm. (2009), pp. 151 -154): un 11 % de la biomasa de nuestro ecosistema crece en tierras cultivables accesibles. Dependiendo de la planta, hasta un 90 % de la biomasa agrícola no se puede procesar como alimento y se consideran residuos de cosecha y residuos biogénicos. La eliminación de un 8,5 % de la biomasa producida a partir del ecosistema activo podría compensar todo el CO₂ total liberado por la combustión del petróleo crudo (Titirici *et al.*, New J. Chem. (2007), pp. 787 - 789).

Además de la liberación mínima de CO₂ respetuosa con el medio ambiente, la flexibilidad de materia prima será decisiva para la eficacia y la sostenibilidad de cualquier proceso de conversión de biomasa. La HTC es el único método de conversión de biomasa conocido hasta la fecha con una alta eficacia de carbono en la que se pueden usar todo tipo de materias primas.

55 Estado de la técnica

En los documentos WO 2008/095589 A1, DE102007012112B3, WO2008/113309, DE102008004732, DE102008006772, DE102008007791A1, se sugirieron reactores para el tratamiento de mezclas de sólido-fluido y en particular de suspensiones de biomasa, entre ellos también un reactor de tornillo o un reactor tubular simple. Sin embargo, en la práctica, la superioridad o funcionalidad de los reactores conocidos todavía no se ha podido demostrar.

Las reacciones de mezclas de sólido-fluido y, en particular, de biomásas con un tiempo de reacción de más de 20 minutos son poco habituales y en raras ocasiones se observan en la tecnología de procesos químicos. De forma correspondiente, hasta ahora aún no se han desarrollado reactores adecuados, lo que podría permitir un proceso continuo de la reacción química.

Descripción de la invención

El objeto de la invención es encontrar una solución para la conversión económica y continua de mezclas de sólido-fluido y de ese modo evitar apelmazamiento y bloqueos.

- 5 El objeto se resuelve con el método de las reivindicaciones 1 a 7. El diámetro de una parte tubular inferior del reactor de flujo laminar es menor que el de una sección tubular descendente y al menos las secciones tubulares descendentes son esencialmente verticales o están al menos inclinadas con respecto a la horizontal.

10 La presente memoria descriptiva se refiere a los contenidos que incluyen definiciones, condiciones y características de los documentos WO/2010/058377, EP2106435 y la publicación de Libra *et al.* (Biofuels, 2011, pp. 71-106,36) por lo que la que tiene la fecha de publicación anterior tiene prioridad.

15 El hidrocarbón es un combustible o humus/material para la mejora del suelo generado a partir de materiales o materias primas que contienen carbono con el proceso de HTC. Todas las materias primas son componentes vegetales y principalmente residuos de cosecha, madera, residuos de madera, raíces, hojas, poda, residuos biológicos, fracción biogénica del desecho residual o de residuos industriales, cuerpos de animales, residuos de matanza, residuos de alimentos, papel, textiles, excrementos o estiércol, lodo y otros materiales que contienen carbono o carbohidratos, celulosa, semicelulosa y materiales que contienen lignina.

20 Durante la reacción, el hidrógeno y el oxígeno se liberan en forma de agua, que es un subproducto principal del proceso de HTC. En comparación con el material de partida, el contenido molecular relativo de carbono (C) aumenta y el contenido de oxígeno (O), azufre (S), potasio (K) y cloro (Cl) y cenizas disminuyen. La proporción de O/C disminuye aproximadamente 0,1, 0,2 o 0,3 y la proporción de H/C disminuye 0,1 - 0,2, 0,2 - 0,4 o aproximadamente 0,2 - 0,6 dependiendo de la materia prima y de las condiciones de reacción. Ejemplos: Antes del tratamiento, la madera tiene una proporción de O/C de 0,6 y después del tratamiento de aproximadamente 0,3. La proporción de O/C del grano usado se reduce de 0,5 a 0,25. La proporción de H/C disminuye de 1,4 a 0,9. En comparación con la materia prima, el hidrocarbón posee un mayor valor de combustión. Se puede utilizar como combustible y en la actualidad se discuten otros usos tales como la mejora del suelo.

30 Las unidades de reactor del reactor de flujo laminar se pueden conectar entre sí de un modo tal que puedan funcionar en gran medida sin el uso de componentes móviles, incluyendo válvulas o dispositivos mecánicos de agitación.

35 Un reactor de flujo laminar en el sentido de la presente solicitud es un recipiente a presión Preparado en una forma tubular, que permite el paso de una mezcla de sólido-fluido con caudales superiores a 40, 60, 90 o 120 minutos por medio de su construcción y de forma simultánea garantiza turbulencias mínimas. El tiempo total de permanencia en los intercambiadores de calor presurizados y reactor es superior a 2, 3 o 4 horas y hasta 4, 8 o 12 horas. Para aplicaciones especiales para obtener mayores calidades o productos específicos de hidrocarbón, el tiempo de permanencia puede ser de hasta 16, 24 o 30 horas. La temperatura a la que se realiza el tratamiento en los intercambiadores de calor presurizados y reactor es 100 - 330 °C, 160 - 250 °C, o 180 - 230 °C a presiones superiores a la presión de fluido/vapor de agua de 5 - 20, o hasta 4500 o 7000 kPa. El reactor está cerrado herméticamente al aire exterior y al oxígeno.

45 El reactor de flujo laminar consiste en al menos dos unidades de reactor conectadas entre sí, que consisten respectivamente en varias secciones tubulares, partes tubulares, piezas tubulares, en las que al menos un deflector o pieza tubular de cambio de dirección tiene un volumen menor o al menos una sección transversal más pequeña que la sección de retención (partes tubulares sin cambio de dirección).

Ciertas realizaciones se diseñan de acuerdo con las siguientes especificaciones:

- 50
- El diámetro de un deflector es al menos 5 - 500 o 20 - 100 mm.
 - El diámetro de al menos una de las secciones de retención es al menos un 10 % o un 100 % superior a la del deflector de la misma unidad de reactor. Una unidad de reactor comprende al menos una sección de retención. La sección de retención está definida por un diámetro mayor que da como resultado una velocidad de flujo menor en comparación con los deflectores. El diámetro de la parte descendente es en particular un 25 %, un 50 % o un 100 % superior a la de un deflector inferior de la misma unidad de reactor. El diámetro de la parte ascendente o elevadora es al menos un 10 % o un 100 % superior a la del deflector inferior de la misma unidad de reactor. Las partes tubulares descendentes y ascendentes son esencialmente verticales.
- 55
- La proporción de los diámetros d_{n1} / d_{n2} es al menos 1,01 - 400 o de 4 a 40. La proporción de los diámetros d_{n1} / d_{n3} es 1 - 400 o 3 a 30. La proporción de los diámetros d_{n3} / d_{n2} es 1 - 400 o de 3 a 30.
- 60
- Al menos 2, 4, 6 u 8 unidades de reactor están directamente conectadas entre sí en las realizaciones.
 - Cada una de las unidades de reactor consta de al menos un deflector y una sección de retención.
 - La longitud total de todas las distancias de los tubos conectados es al menos 4, 16, 64 o 256 metros. La longitud total absoluta de todas las distancias de los tubos es 250 - 4.000 metros.

- La longitud mínima de las secciones tubulares unidas, que por ejemplo no se pueden separar total o parcialmente con dispositivos de bloqueo, es 1, 4, 16 o 64 metros. El número de las unidades de reactor unidas a través de secciones tubulares que no se pueden separar total o parcialmente, es 2 - 1000 o 11 - 100.
- La longitud del reactor de flujo laminar comprende las secciones tubulares en las que la presión de funcionamiento es superior a 500 kPa. Los intercambiadores de calor se colocan en el lado de entrada y/o salida del reactor, en los que la temperatura de la mezcla de sólido-fluido aumenta hasta $> 160\text{ }^{\circ}\text{C}$. En estas regiones, el flujo de volumen de la mezcla de sólido-fluido se puede dividir en flujos parciales paralelos.

Los tubos, secciones tubulares, partes tubulares o unidades de reactor están conectadas entre sí, si existe una conexión continua de las cámaras de reacción en el estado de funcionamiento, lo que permite una igualación de presión de los espacios de reacción entre sí. Una conexión de este tipo existe con un reactor de flujo laminar al menos sobre dos unidades de reactor o sobre una sección tubular de al menos 4, 16, 64 o 256 metros.

Las secciones tubulares o partes tubulares son los espacios huecos alargados que atraviesan la mezcla de reacción independientemente de su forma y geometría. Los desviadores se definen por un cambio de la dirección de flujo promedio en al menos 90 o hasta 200 grados. A la sección transversal se le da una forma conveniente o funcional redonda, ya que el proceso se aplica a presión. Las partes descendentes o de bajada, ascendentes o de subida y deflectores también pueden constar de varias partes o componentes tubulares con formas diferentes.

Los espacios de reacción de al menos dos unidades de reactor están conectados en el estado de funcionamiento a presiones superiores a 500 kPa y no están separados por válvulas u otros dispositivos de bloqueo o control.

El tubo inferior, sección tubular o parte tubular es la parte del tubo que cambia de dirección más baja del deflector inferior con el diámetro $d_{n,2}$. Los tubos, piezas tubulares o partes tubulares también se denominan secciones tubulares. La parte ascendente o de subida es el tubo ascendente, sección tubular o parte tubular con el diámetro $d_{n,3}$. El tubo superior o sección tubular es la parte del tubo que cambia de dirección más elevada del deflector superior con el diámetro $d_{n,4}$. La sección de retención es el tubo de bajada, que desciende (descendente) o que asciende (ascendente), sección tubular o parte tubular con el diámetro $d_{n,1}$.

Las partes descendentes o de bajada y/o ascendentes o de subida son secciones de retención. Tienen un volumen mayor que los deflectores. La dirección de flujo promedio de la mezcla de sólido-fluido en la sección de retención esté inclinada con respecto a la horizontal. Es ventajoso si la sección de retención está colocada en gran medida de forma vertical y construida como un contenedor hueco lineal. La sección de retención por lo general se coloca de modo tal que el ángulo del eje central del tubo con respecto al plano horizontal es al menos 2 o al menos 60 grados.

Un deflector se coloca por debajo de una sección de retención. El deflector inferior es una sección tubular que desvía la dirección de flujo promedio de la mezcla de sólido-fluido hacia arriba. Los deflectores superior e inferior se diseñan de un modo tal que el cambio de los ángulos subida del eje del tubo sea de aproximadamente 180 grados, al menos sin embargo de 100 o 150 grados.

Los diferentes elementos tubulares están conectados entre sí mediante conexiones de brida o soldadura. Si están conectados elementos tubulares con diferentes diámetros, se interconecta adicionalmente una pieza reductora. Una pieza reductora o una reducción, que también comprende una pieza de reducción invertida, es una pieza cónica de un tubo dentro de una línea tubular y representa la conmutación de dos anchuras nominales diferentes. Las piezas reductoras pueden constar de elementos o componentes metálicos convencionales, incluyendo extremos servidores con forma de disco, bases de cesta, conos, y se pueden dirigir de forma concéntrica o de forma excéntrica. Con reducciones concéntricas, la pared de la reducción sigue un cono circular recto, con reducciones excéntricas, la pared de la reducción sigue a un cono circular biselado y una de las líneas de la carcasa se dirige paralela al eje del tubo. Las reducciones concéntricas son más convenientes con respecto a un punto de vista técnico de flujo, aunque las reducciones excéntricas pueden ofrecer ventajas de ensamblaje.

La rapidez de flujo promedio o velocidad de flujo de la mezcla de sólido-fluido en el deflector inferior es de 1 a 100 veces mayor que en la sección de retención, que lo precede directamente.

Los diámetros en particular de los elementos de descenso se eligen convenientemente de un modo tal que la máxima velocidad de desmezcla que se puede esperar es menor que la velocidad del flujo. En los elementos de descenso, se obtiene una menor velocidad para los componentes sólidos dependiendo de su tendencia a flotar en comparación con la fase líquida, y un periodo de permanencia en el elemento de descenso respectivo, que es inverso a la diferencia de la velocidad del flujo y la velocidad de desmezcla. El periodo de permanencia de los componentes sólidos es por lo tanto siempre (posiblemente incluso de forma considerable) mayor que la velocidad del flujo de la fase líquida. Por lo tanto un diámetro mayor de los elementos de descenso significa por último que el periodo de permanencia de los componentes sólidos será decididamente más largo que el de la fase líquida y, por lo tanto, se ahorra longitud del reactor. También significa que un enriquecimiento de los componentes sólidos da como resultado los elementos de descenso y, si la velocidad del flujo desciende demasiado y alcanza la proximidad de la velocidad de desmezcla, la dispersión de sólido-fluido se puede desarrollar en forma de una masa fluida en sólido. Por lo tanto, un límite superior para los diámetros descendentes también tiene un efecto técnico deseado.

De acuerdo con una realización preferente, la longitud de una sección de retención es 2 - 12 metros. La longitud total de los elementos descendentes y ascendentes es 320 - 1.920 metros. A partir de la siguiente tabla se pueden observar detalles adicionales.

Unidad de reactor	$d_{n,1}$ (mm)	$d_{n,2}$ (mm)	$d_{n,3}$ (mm)	$d_{n,4}$ (mm)
1 - 6	100	50	50	50
7 - 20	200	50	50	50
21 - 40	300	50	100	100
41 - 80	400	60	200	200
81 - 120	500	70	200	200
120 - 160	600	80	300	300

5 Los diámetros tienen las relaciones $d_{n,1} \geq d_{n,3}$ y $d_{n,1} > 1,25 d_{n,2}$ entre sí. En particular, $d_{n,1} > d_{n,3} \geq d_{n,4} \geq d_{n,2}$ contiene seis relaciones individuales entre los diámetros. $d_{n,1} > d_{n,3}$, $d_{n,1} > d_{n,4}$, $d_{n,1} > d_{n,2}$, $d_{n,3} \geq d_{n,4}$, $d_{n,3} \geq d_{n,2}$, $d_{n,4} \geq d_{n,2}$, que se pueden cumplir independientemente entre sí.

10 Si no se mencionan o describen de otro modo, las definiciones y explicaciones en el documento DE102008058444.4 son válidas para el uso de expresiones o términos.

Los siguientes parámetros y magnitudes físicas desempeñan un papel para el diseño del reactor de flujo laminar y el control del proceso:

- 15
- Los "parámetros materiales variables" se refiere a parámetros que cambian durante el transcurso de la reacción. Casi todos los materiales variables de todas las fases (sólida, líquida y gaseosa) y en particular la del componente que contiene carbono, que por último define el producto de reacción, cambian durante la reacción, como por ejemplo la viscosidad (dinámica) η (que disminuye) y la densidad (que aumenta).
 - 20 • Los "parámetros del proceso variables" pueden cambiar con un control, como por ejemplo el caudal de volumen o la velocidad del flujo v .
 - Los "parámetros del proceso fijos" son proporcionados por el hardware, es decir, el diseño y especificaciones de la planta por lo tanto no se pueden cambiar o no se pueden cambiar fácilmente dentro de una planta, como por ejemplo el radio r o el diámetro del tubo (hidráulico) d . El diámetro del tubo hidráulico se define en el presente documento como $4 \cdot A / U$ con A : área transversal y U : circunferencia. Para una sección transversal circular, el diámetro hidráulico es por lo tanto el mismo que el diámetro geométrico.
- 25

Una unidad de reactor de un reactor de flujo laminar consta de al menos 2 o 4 diámetros del tubo diferentes, en el que los diámetros de una sección tubular con el número consecutivo n son $d_{n,1} > d_{n,3} \geq d_{n,4} \geq d_{n,2}$ (véase anteriormente). Los diámetros del tubo aumentan en incrementos en realizaciones con un aumento de la distancia desde la primera unidad de reactor (n creciente).

30

La rapidez de flujo promedio o la velocidad de flujo se puede determinar con la ayuda de medidores de flujo o sensores de flujo continuo. Por ejemplo, el tiempo que necesita un volumen definido de un fluido marcado con color entre la entrada y la salida del reactor de flujo laminar, se puede usar para determinar el flujo volumétrico por unidad de tiempo y, por lo tanto, también las velocidades de flujo con los diferentes diámetros hidráulicos dados. La entrada y salida del fluido coloreado (una cantidad definida de agua se tiñe, por ejemplo, con permanganato potásico) desde el reactor de flujo laminar se puede determinar por vía óptica mediante mirillas. En una planta, la velocidad del flujo se determina, por ejemplo, con un medidor de flujo másico de Coriolis (por ejemplo, Promass 83S25 de Endress + Hauser).

35

40

Las proporciones de la velocidad media del flujo o caudal v_{nm} de la mezcla de sólido-fluido que fluye o pasa a través de secciones tubulares m de un reactor o una unidad de reactor tubular n son $v_{n,2} > v_{n,1}$, $v_{n,2} \geq v_{n,3}$, $v_{n,2} \geq v_{n,4}$ o $v_{n,2} \geq v_{n,3}$. La velocidad media del flujo en el deflector inferior $v_{n,2}$ es 1 - 5.000, 10 - 500 o 30 - 200 m/min.

45

La velocidad media del flujo de la mezcla de sólido-fluido es 0,01 - 20, 0,05 - 10 o 0,1 - 3 m/min en una sección de retención descendente. La velocidad media del flujo es al menos un 50 % más elevada en una sección de retención ascendente en comparación con una sección de retención descendente. En el deflector inferior, la velocidad media del flujo v_{n2} es 1 - 1.000 veces, 5 - 300 veces o 20 - 100 veces mayor que en una sección de retención adyacente. Tanto la sección de retención dirigida hacia arriba como la sección de retención dirigida hacia abajo también pueden tener flujo continuo en la dirección opuesta. Eso significa que, dependiendo de la consistencia de materia prima, ambas secciones de retención se pueden intercambiar.

50

La velocidad media del flujo depende del diámetro, que aumenta en incrementos con un aumento de la distancia a los medios de transporte con las unidades de reactor tubulares de acuerdo con la fórmula $v_{n=1} > v_{n=2}$ etc. La

55

velocidad del flujo en secciones tubulares, que no se dirigen hacia abajo, aumenta al menos en un 10 %, 20 %, 50 %, un 100 % o más. La velocidad de flujo de las secciones tubulares que no están dirigidas hacia abajo aumenta al menos en 1,1 veces, 2, 5, 9, 20, 100 veces o más.

5 La reacción comienza cuando se alcanza la temperatura de funcionamiento de 100 - 250 o 140 - 180 °C. La reacción de conversión dura, dependiendo del producto de reacción deseado, entre 40 y 720 o 90 - 180 minutos, en casos individuales también hasta 2160 minutos. El tiempo necesario para que la mezcla de reacción pase a través del reactor de flujo laminar es de al menos 40, 60, 90 o 120 minutos. El contenido de carbono se incrementa, por ejemplo, a los 120 minutos, de un 30 % a un 40 % de las partes de masa de la masa seca con granos de cerveza o granos gastados como materia prima. El tiempo de flujo continuo o el tiempo necesario para que la mezcla de sólido-fluido pase a través de todas las unidades o reactores conectados es de al menos 40, 60, 90 o 120 minutos y en total 90 - 180, 180 - 720 o 720 - 2.160 minutos.

15 Con un tiempo de reacción creciente, es decir, un espacio (distancia) creciente con respecto a los primeros medios de transporte o a la entrada del reactor:

- la viscosidad de la mezcla de reacción disminuye
- las diferencias de densidad disminuye
- la velocidad de desmezcla de la mezcla de sólido-fluido disminuye.
- 20 • para las secciones tubulares se pueden elegir diámetros más largos (diámetros crecientes).

25 Para mantener un flujo laminar o para evitar altas turbulencias que podrían estar asociadas con un aumento de la presión de hasta 300, 500 o 1000 kPa con respecto a la diferencia de presión que normalmente está presente durante el funcionamiento regular, la viscosidad aumenta o la velocidad del flujo disminuye con un aumento de los diámetros, extracción de agua o suministro de materia prima o productos intermedios con un contenido de sólidos superior al que existe en el lugar del suministro.

30 La sección de retención es una sección tubular dentro del reactor tubular que sigue al intercambiador de calor, por lo tanto una sección tubular en la que la mezcla de reacción ha alcanzado la temperatura deseada o de reacción.

35 El volumen total de un reactor de flujo laminar está formado por la suma de los volúmenes de las unidades individuales de reactor n , en la que x es el número de unidades de reactor. Las unidades de reactor n consisten en las secciones tubulares m . La densidad de la fase sólida aumenta por calentamiento y el transcurso químico de la reacción y la viscosidad de la mezcla de sólido-fluido disminuyen. El tamaño de partícula disminuye de forma simultánea. La velocidad de desmezcla disminuye de ese modo. Una velocidad de desmezcla decreciente permite aumentar los volúmenes de las secciones tubulares durante el transcurso de la reacción de una manera incremental correspondiente por medio de la elección de diámetros mayores.

40 El volumen total de un reactor de flujo laminar sin tener en cuenta las transiciones de sección transversal y curvaturas o deflectores se calcula como sigue a continuación:

$$V = \pi \sum_{n=1}^x \sum_{m=1}^4 l_{nm} \frac{d_{nm}^2}{4}$$

45 Longitudes l_{nm} de las secciones tubulares con un diámetro promedio d_{nm} , n número consecutivo de la unidad de reactor tubular, m número consecutivo de la sección tubular, x número de unidades de reactor.

50 El volumen de una sección de retención es convenientemente 0,1 - 100 o 0,5 - 10 m³. El volumen total de un flujo laminar reactor es convenientemente 10 - 10.000 o de 100 a 1.000 m³. El volumen de un elemento descendente es superior al de un elemento ascendente que le sigue directamente en un 1 %, 10 % o un 100 % o también en 1,1 - 40 o de 2 - 4 veces.

55 La dirección de flujo promedio de la mezcla de sólido-fluido dentro de la sección de retención está inclinada con respecto a la horizontal en al menos un 5 %, 20 % o un 80 % del volumen de una unidad de reactor o al menos un 1 %, 5 % o un 50 % de la sección tubular total. Es ventajoso si la dirección de flujo promedio en las secciones de retención se produce en gran parte paralela a la gravedad. La cantidad de ángulo de la dirección del flujo el flujo dirigido en gran medida de forma vertical tiene al menos 2 o al menos 60 grados con respecto a la horizontal.

60 La densidad aumenta durante la reacción de conversión por medio de la conversión química a lo largo del tiempo en un 5 - 60 % o un 20 - 40 %. La resistencia del flujo se tiene que mantener baja para mantener la funcionalidad del reactor de flujo laminar. Las turbulencias conducen a un aumento de la resistencia del flujo. La pérdida de flujo de flujos turbulentos es, por lo tanto, considerablemente mayor y es un múltiplo desde un flujo laminar. El número crítico

de Reynold también aumenta por medio del aumento de la viscosidad, o el punto de transición, que caracteriza el inicio de una turbulencia, se desplaza hacia velocidades de flujo más elevadas.

La viscosidad se ve influenciada antes, durante y después de la reacción por:

- 5 • la proporción de componentes fluidos con respecto a sólidos en la mezcla de sólido-fluido
- la proporción de mezcla de diferentes materias primas o sustancias de partida
- la extracción o suministro de agua o material sólido
- 10 • cambios químicos o físicos tales como por ejemplo la densidad o el tamaño de partícula mediante cambios químicos o trituración.

La viscosidad disminuye de forma significativa por calentamiento. En paralelo, se produce una disminución adicional de la viscosidad durante el transcurso de la reacción por medio de la conversión química.

La viscosidad se comporta de forma inversa a la densidad, que después del proceso de calentamiento aumenta durante la reacción de conversión química. Por lo tanto la viscosidad disminuye durante el transcurso de la reacción y la resistencia del flujo disminuye. Sin embargo, la inclinación de un flujo casi laminar para convertirse en una turbulencia aumenta de forma simultánea. Para un mejor uso del espacio del reactor y para la estabilización del flujo principalmente en los deflectores inferiores, en algunas realizaciones la viscosidad aumenta a lo largo de la tubería o una sección del reactor mediante:

- la extracción de agua y/o
- el suministro de material sólido.

El suministro de materias primas con altos contenidos de sólidos superiores a un 25 %, 50 % o un 75 % y un tamaño de partícula de hasta 2, 4, o 6 mm particular después de las primeras secciones del intercambiador de calor o durante el transcurso del proceso, por ejemplo, en el tercio central de la sección del reactor, por medio de un suministro a las siguientes unidades de reactor, aumenta la viscosidad. También puede contrarrestar el sobrecalentamiento.

Un intercambiador de calor con diámetros de tubo de 50 mm fue, por ejemplo, atravesado con ensilaje de maíz con un contenido sólido de un 12 - 15 % con 3 - 7 m³/hora. Se midió una caída de presión de aproximadamente 200 - 400 kPa con respecto a una distancia de aproximadamente 120 metros. La baja caída de presión implica un flujo casi laminar. Si se pasaba agua a través de la distancia del tubo con el mismo caudal, la presión aumentaba varias veces (> 1500 kPa). A partir de esto se puede concluir que el punto de transición (índice de transición de Reynold) se superaba y el flujo casi laminar ha cambiado a un flujo turbulento.

Durante la reacción se forman pequeñas partículas. El tamaño de las partículas pequeñas es de 20 - 100 nanómetros y aumenta con el tiempo. Para aumentar la eficacia del espacio del reactor, se pueden descargar partículas de pequeños tamaños que ya se han formado en hidrocarbón o productos de reacción de HTC que se pueden manipular de forma conveniente.

La descarga se produce durante la última mitad, tercera, cuarta o quinta parte del reactor o reacción. Los tamaños de partícula a descargar varían de 0,5 - 1 o de 0,5 - 2 mm. Estas partículas se descargan en una suspensión que contiene partículas sólidas con un diámetro máximo de hasta 2 mm desde la mezcla de sólido-fluido antes de la finalización del tratamiento.

50 Descripción de las figuras

La Figura 1 muestra una representación esquemática de una unidad de reactor tubular n con las secciones tubulares m a modo de ejemplo.

La Figura 2 muestra una representación esquemática de una planta para la producción continua de materiales o combustibles de una mezcla de sólido-fluido a modo de ejemplo.

La Figura 3 muestra una representación esquemática de las unidades intercambiadoras de calor y la transición a las unidades de reactor tubulares así como las líneas I y II que combinan biomasa seca y húmeda.

La Figura 1 muestra una representación esquemática de una unidad de reactor tubular n con las secciones tubulares m (1 - 4) con los diámetros d_{nm} de un reactor de flujo laminar, a modo de ejemplo. La mezcla de sólido-fluido entra en la sección tubular 1 con el diámetro $d_{n,1}$ a través de una pieza de reducción invertida. A medida que el diámetro de la sección tubular 1 aumenta en comparación con la sección tubular anterior, la velocidad del flujo v_{n1} en la sección tubular 1 disminuye (indicado con la fecha individual). La mezcla de sólido-fluido sale de la sección tubular 1 con el diámetro $d_{n,1}$ a través de una pieza de reducción 5 en la sección tubular 2 con el diámetro $d_{n,2}$. La mezcla de

sólido-fluido de la sección tubular 2 con el diámetro $d_{n,2}$ entra en la sección tubular 3 con el diámetro $d_{n,3}$ a través de una pieza de reducción invertida, adicional 6. La mezcla de sólido-fluido sale de la sección tubular 3 con el diámetro $d_{n,3}$ a través de una pieza de reducción adicional sobre la sección tubular 4 con el diámetro $d_{n,4}$. La mezcla de sólido-fluido fluye desde la sección tubular 4 en la siguiente unidad de reactor $n+1$ (sin representación). Esta secuencia se repite de forma periódica. La velocidad del flujo y las longitudes de las piezas tubulares (medidas a lo largo de su respectiva línea central) están indicadas con v_{nm} o l_{nm} . Además, de dos (sección tubular $m = 3$) a cuatro (sección tubular $m = 2$) flechas se muestran en la misma medida para demostración.

La Figura 2 muestra una representación esquemática de una planta para la producción continua de materiales o combustibles de una mezcla de sólido-fluido de agua y un componente que contiene carbono a modo de ejemplo, en la que la mezcla de sólido-fluido se trata a una temperatura superior a 100 °C y una presión superior a 500 kPa. La planta comprende un dispositivo de alimentación de doble línea, que consiste en las líneas de transporte I e II. La línea I sirve para transportar biomasa "seca" de materia prima que no se puede bombear o que solamente se puede bombear con dificultad, por ejemplo con un contenido sólido elevado de un 15 a un 99 % en peso. Para esto, la biomasa "seca" se almacena en un silo 11 y se lleva a un contenedor 12 desde el mismo, preferentemente un contenedor de suelo deslizante. Las materias primas se llevan a un dispositivo de trituración 13 a través de un dispositivo de transporte, que puede ser por ejemplo un tornillo transportador o una cinta transportadora. El dispositivo de trituración se diseña por ejemplo en forma de un molino para material en estado húmedo o seco o como otro dispositivo de trituración mecánica adecuado. Desde el mismo, la materia prima tratada se transporta a un recipiente de mezclado 16. En el recipiente de mezclado 16, la biomasa seca se mezcla con agua que puede contener agua de proceso o agua de proceso concentrada desde el depósito 14 y un catalizador o una mezcla de catalizadores desde al menos un contenedor o dispositivo de dosificación 15 por medio de un dispositivo de agitación. La mezcla se suministra al recipiente de incubación 18 a través del dispositivo de transporte 17. El recipiente de incubación 18 permite un tiempo de permanencia del catalizador en el material a una presión menor. Los recipientes 16 y 18 están diseñados con una doble pared y tienen una conexión de agua de calefacción para permitir un calentamiento previo del material a aproximadamente, por ejemplo, 20 - 99 o 50 - 70 °C. El material incubado de la materia prima o materiales de partida "secos" se lleva desde la primera línea de transporte a una unidad de reactor n tal como por ejemplo 29, 30, 31, 32 o 33, 34 a presión superior a la presión de vapor de la mezcla de reacción por medio de los dispositivos de transporte 19 y 20, que están diseñados por ejemplo en forma de transportadores de tornillo o de cadena de cubos.

A través de la línea de transporte II, la biomasa "húmeda" que consiste en materias primas que se pueden bombear o pulpa de biomasa, que también puede consistir en mezclas de biomasa o materia prima, por ejemplo con un contenido sólido de un 1 a un 50 % en peso, se transporta desde un recipiente de almacenamiento 22 a un dispositivo mezclador 24 por medio de un dispositivo de transporte 23 y se mezcla en la unidad mezcladora 24 con agua o agua de proceso del depósito 14 y catalizador de al menos un recipiente o dispositivo dosificador 25, se incuba en un recipiente de incubación 26, y se suministra al reactor 29 - 38 por medio de un dispositivo de transporte 27 adecuado, que puede estar diseñado, por ejemplo, en forma de una bomba de tornillo de pistón, de desplazamiento o excéntrica. El material se calienta a al menos 160 - 180, 200 - 220, o 220 - 250 °C por medio de al menos una unidad de intercambiador de calor 28. Las materias primas o materiales de partida "húmedos" desde la línea de transporte II se tratan previamente de tal manera se combinan con los materiales de partida "secos" de la línea de transporte I por medio de los dispositivos de transporte descritos u otros apropiados. El punto de la introducción de los materiales de partida "secos" puede variar y puede tener lugar en un reactor o unidad de reactor tubular n como, por ejemplo, en 29, 30, 31, 32 o 33, 34, pero también en 35, 36 o 37, 38, etc. Los materiales de partida o materias primas "secos", en particular los que tienen un diámetro de partícula inferior a 6 mm, inferior a 4 mm o inferior a 2 mm y un contenido de sustancia seca superior a un 30 %, superior a un 40 %, o superior a un 50 % se suministran de forma conveniente en el tercio central de la tubería o distancia del reactor. El suministro puede tener lugar, por ejemplo, en la región de un deflector superior 4 o en la transición 8 entre éste y el siguiente elemento descendente 1. Las sustancias de partida "húmedas" se introdujeron o se proporcionaron previamente a una presión por encima de la presión de vapor de la mezcla de reacción. La proporción del caudal másico desde la línea de transporte I a la línea de transporte II o desde las proporcionadas a las sustancias de partida añadidas es, por ejemplo, 1 : 20, 1 : 5, 1 : 1 o 10 : 1. Dentro del flujo laminar (en gran parte) del reactor de flujo laminar, una mezcla uniforme de la mezcla de reacción se produce a través de las diferentes unidades de reactor. El calentamiento y la descarga de la generación exotérmica se producen por medio de dispositivos de atemperación tales como, por ejemplo, un dispositivo intercambiador de calor y/o un reactor de pared doble o una unidad de reactor. Los dispositivos de atemperado se pueden formar, por ejemplo, como intercambiadores de calor en espiral, tubulares, por lotes o en espiral. El flujo continuo necesario o periodo de permanencia se consigue mediante la conexión secuencial de las unidades de reactor. Para permitir un periodo de permanencia más largo, la mezcla de reacción en unidades de reactor individuales se mantiene en movimiento por medio de una bomba de circulación. De ese modo se evitan las obstrucciones o bloqueos. Además en usar medios de transporte para la aceleración de fluidos que incluyen mezcladoras o boquillas de chorro de fluido.

Con la extracción de agua del proceso, se necesitan volúmenes de reactor más pequeños o espacios de reacción más pequeños durante el transcurso adicional del proceso. La relajación de la presión 40 después del flujo continuo completo se controla mediante una bomba de relajación dirigida hacia atrás, que se forma, por ejemplo, como una bomba de tornillo excéntrico, bomba de desplazamiento en espiral o bomba de membrana de pistón. La mezcla de

reacción se enfría y se tampona adicionalmente en un tampón o recipiente de relajación 41 y llega desde allí o también directamente desde la bomba de relajación a la zona de deshidratación y/o secado 42. El producto de reacción se almacena de forma intermedia en un recipiente de almacenamiento o silo 43 en forma de suspensión o material a granel seco, antes de ser transportado 44 o suministrado a otro proceso.

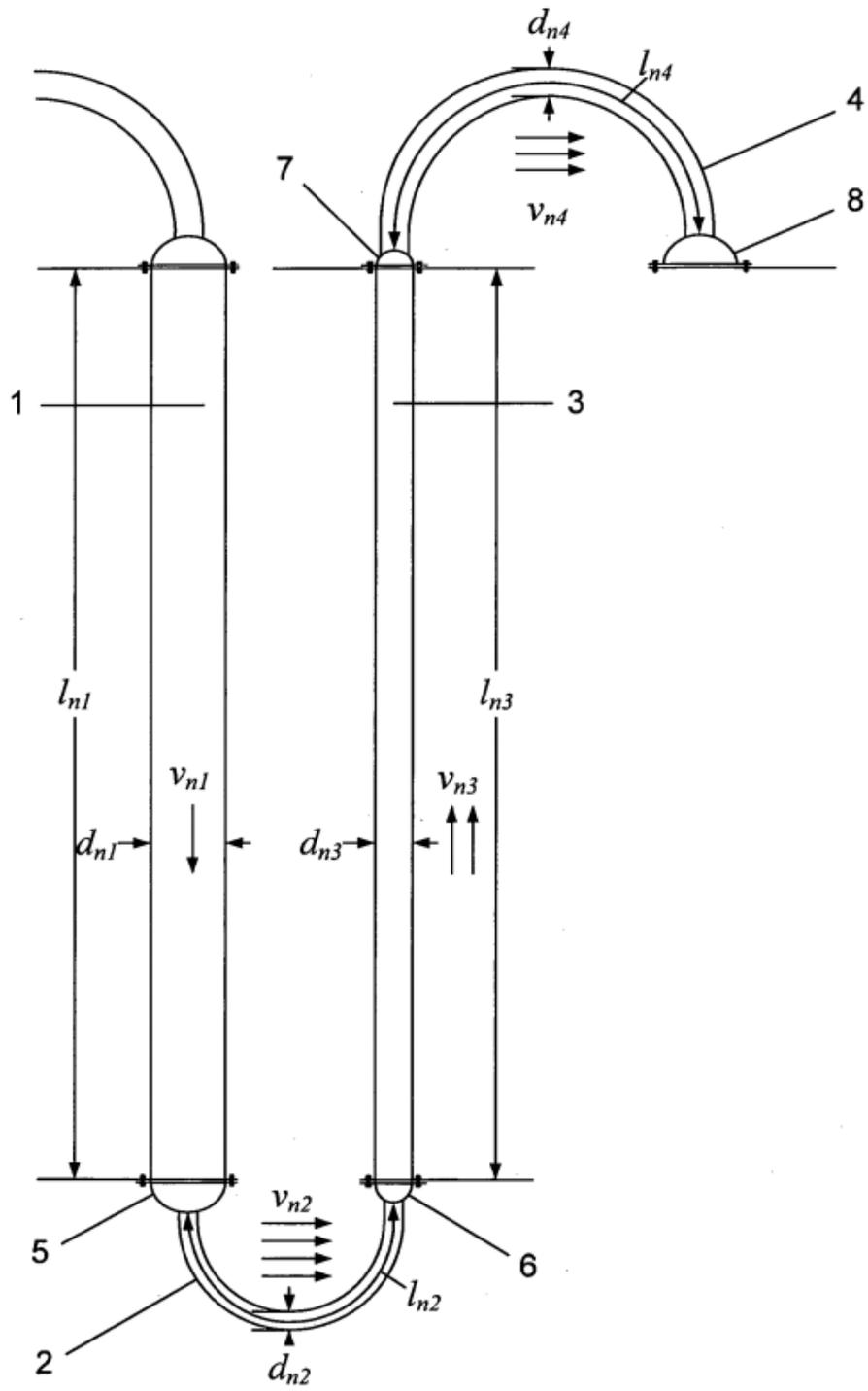
5 La Figura 3 muestra una representación esquemática de las unidades intercambiadoras de calor y la transición a las unidades de reactor tubulares, así como a las líneas I e II que combinan biomasa seca y húmeda. La materia prima "seca" se lleva desde la primera línea de transporte por medio de los dispositivos transportadores 19 y 20 al intercambiador de calor 28 que consta de varias unidades intercambiadoras de calor 50, 51, 52 y 53 y/o en unidades de reactor como por ejemplo 29, 31 o 33, 34 a presión por encima de la presión de vapor de la mezcla de reacción. La materia prima "seca" se calienta previamente antes de entrar en el dispositivo de introducción 91 - 97 a 20 - 40, 40 - 70 o 70 - 99 °C. Siguiendo el dispositivo, la materia prima se calienta adicionalmente a 100 - 130, 130 - 170 o 170 - 200 °C mediante intercambiador de calor 101, 102, 103, 104, 105, 106 y/o 107. El dispositivo de introducción 91 - 97 consta de una válvula de lanzadera, bloqueo giratorio o aleta giratoria, un transportador forzado, que es, por ejemplo, un inyector, una extrusora de doble tornillo, una bomba helicoidal excéntrica, una bomba de pistón, una bomba de desplazamiento en espiral, que están equipadas respectivamente con o sin tornillos compactadores, o un compactador de doble tornillo. El dispositivo de introducción puede estar provisto adicionalmente de un dispositivo o válvula de bloqueo. El dispositivo de introducción asegura que el material incubado desde la línea I con un nivel de presión por encima de la presión interna del reactor se introduzca en la unidad de reactor respectiva y evita las sacudidas violentas en el dispositivo de suministro. El alimentador de aleta giratoria se carga, por ejemplo, de manera controlada mediante un alimentador giratorio.

A través de la línea de transporte, la biomasa "húmeda" que consiste en materias primas se puede bombear o pulpa de biomasa, que también puede consistir en mezclas de biomasa o materia prima, por ejemplo con un contenido sólido de un 1 a un 50 % en peso. La biomasa "húmeda" se transporta y se lleva a niveles crecientes de presión en incrementos usando los dispositivos de transporte 27, 45, 46 y/o 47. Los dispositivos de transporte se pueden diseñar, por ejemplo, como una bomba de desplazamiento o bomba de tornillo excéntrico, de pistón. En un primer incremento, la presión puede elevarse hasta 200 - 2000, 400 - 1600 u 800 - 1400 kPa, en un incremento sucesivo que sigue a otro dispositivo de transporte 45, la presión se incrementa aún más una cantidad adicional de 200 - 400 o hasta 600, 800, 1200 o 2000 kPa. Cada dispositivo de transporte posterior aumenta la presión de forma similar. Entre esos dispositivos de transporte se colocan los dispositivos de separación de sólido-fluido 60, 61, 62, 63, 64, 65 y/o 66. Los dispositivos de separación de sólido-fluido pueden ser, por ejemplo, filtros. Se colocan más dispositivos de separación de sólido-fluido en toda la longitud del intercambiador de calor y las unidades de reactor. Los dispositivos de trituración 81, 82, 83 y 84 que son por ejemplo molinos de materia en estado húmedo o deflectores se colocan a continuación de un dispositivo de introducción 61, 46 y/o 47 o antes o detrás de los dispositivos de trituración o antes de las unidades de intercambiador de calor o una unidad de reactor tal como para el ejemplo 31. A continuación de la unidad de reactor 33, la mezcla de sólido-fluido variara a través de las siguientes unidades de reactor 34 - 38 tal como se representa en la figura 2.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para la producción de hidrocarbón de una mezcla de sólido-fluido de agua y un componente que contiene carbono, en el que la mezcla de sólido-fluido se trata a una temperatura de 100-300 °C y una presión de 500-7000 kPa en un reactor de flujo laminar con al menos dos secciones de retención (1, 3) en las que la dirección del flujo promedio de la mezcla de sólido-fluido está inclinada con respecto a la horizontal o es esencialmente vertical, y al menos un deflector (2) colocado por debajo de las mismas, y en el que la mezcla de sólido-fluido, después de pasar a través de una sección dirigida hacia la parte baja (1) de las secciones de retención y del deflector inferior (2), fluye a través de una sección dirigida hacia la parte alta (3) de las secciones de retención (1, 3) y a partir de ese momento a través de un deflector superior (4),
10 método caracterizado por que un tiempo de permanencia total en los intercambiadores de calor presurizados (28, 39) y las unidades de reactor (29-38) del reactor de flujo laminar es superior a 2 horas, y por que la velocidad media del flujo v_2 de la mezcla de sólido-fluido en el deflector inferior (2) es de 1 a 1000 veces más elevada que en una sección de retención adyacente (1, 3).
- 15 2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la velocidad media del flujo de la mezcla de sólido-fluido en el deflector inferior (2) es 1-1.000 m/min.
- 20 3. El método de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que la velocidad del flujo en la sección dirigida hacia la parte alta (3) de las secciones de retención que siguen directamente al deflector inferior (2) es 1,1-40 veces más rápida que en la sección dirigida hacia la parte baja (1) de las secciones de retención que preceden directamente al deflector inferior (2).
- 25 4. El método de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la velocidad media del flujo en la sección dirigida hacia la parte alta (3) de las secciones de retención que siguen directamente al deflector inferior (2) es 2-5 veces más rápida que en la sección dirigida hacia la parte baja (1) de las secciones de retención que preceden directamente al deflector inferior (2).
- 30 5. El método de acuerdo con una de las reivindicaciones 2 a 4, en el que la velocidad media del flujo de la mezcla de sólido-fluido en el deflector inferior es 10-500 o 30-200 m/min.
- 35 6. El método de acuerdo con una de las reivindicaciones 2 a 5, en el que la velocidad media del flujo de la mezcla de sólido-fluido en el deflector inferior (2) es 5-300 o 20-100 veces mayor que en las secciones de retención (1, 3).
7. El método de la reivindicación 6, en el que la velocidad media del flujo en la sección de retención descendente (1) es 0,1 - 3 m/min.

Fig. 1



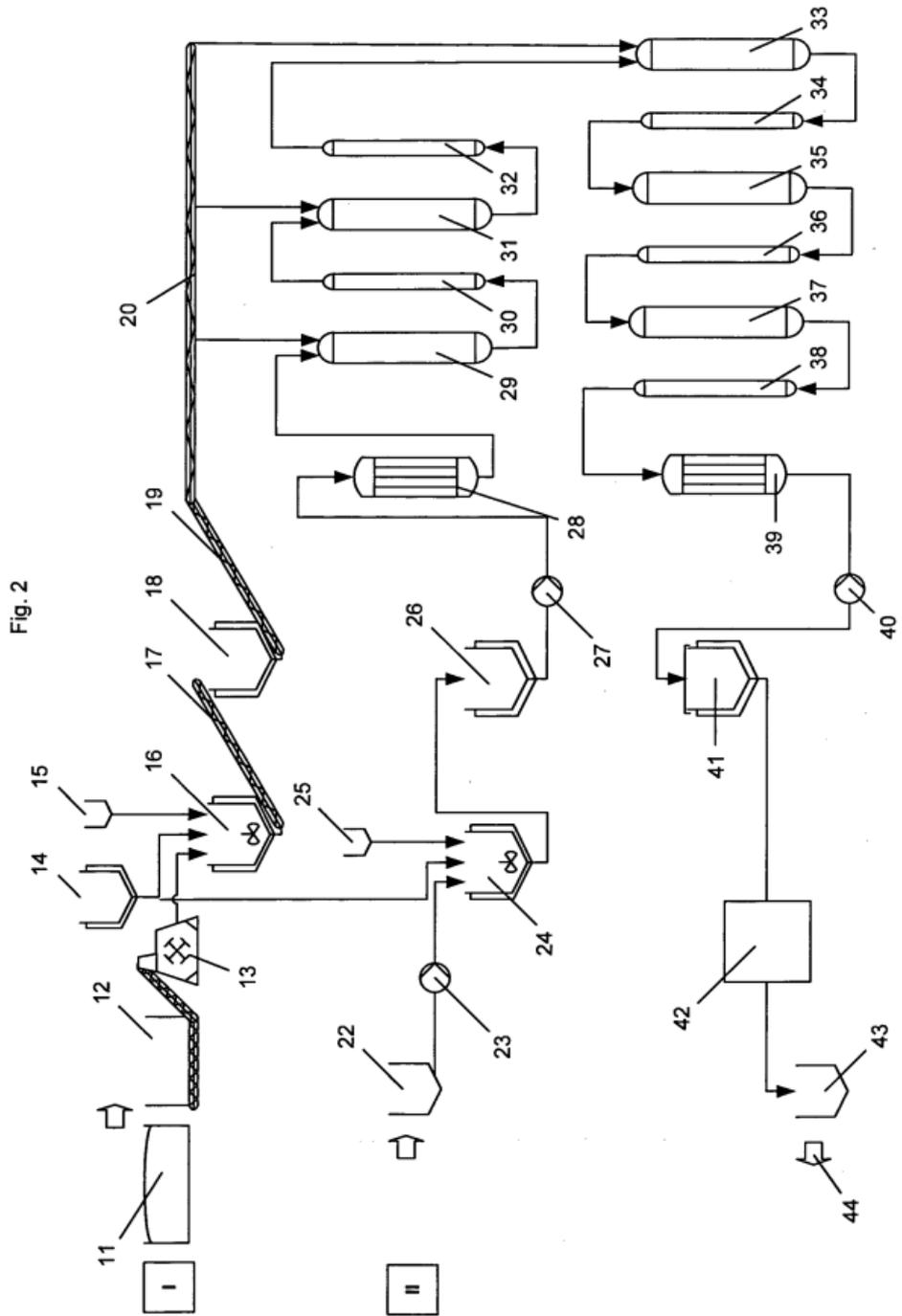


Fig. 3

