

**DISEÑO CONCEPTUAL Y BÁSICO DE UNA PLANTA PILOTO DE
COPROCESAMIENTO DE MEZCLAS DENSAS DE CARBON-CRUDO
PESADO-TENSOACTIVO Y AGUA (CCTA)**

EDWARD JULIÁN ARENAS CALDERON

LUIS FERNEY ORTIZ CUETO

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA
2007**

**DISEÑO CONCEPTUAL Y BÁSICO DE UNA PLANTA PILOTO DE
COPROCESAMIENTO DE MEZCLAS DENSAS DE CARBON-CRUDO
PESADO-TENSOACTIVO Y AGUA (CCTA)**

EDWARD JULIÁN ARENAS CALDERON

LUIS FERNEY ORTIZ CUETO

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar
al título de Ingeniero Químico**

**Director del proyecto
Ing. MSc. JORGE LUIS GROSSO VARGAS
Codirector
Ph.D. LUZ EDELMIRA AFANADOR**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA
2007**

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	1
1. MARCO TEÓRICO	2
1.1 LICUEFACCIÓN DE CARBÓN	2
1.1.1 Mecanismo del proceso de licuefacción	3
1.1.2 Fuentes de hidrógeno	4
1.1.3 Licuefacción directa del carbón	5
1.1.4 Licuefacción indirecta del carbón	6
1.2 MEJORAMIENTO DE CRUDOS PESADOS Y FONDOS DE REFINERÍA	7
1.2.1 Cracking	7
1.2.2 Viscorreducción	7
1.2.3 Hidrotratamiento por adición de vapor	7
1.3 COPROCESAMIENTO	8
2. METODOLOGÍA	10
2.1 METODOLOGÍA DE DISEÑO DE LA PLANTA PILOTO	11
2.1.1 Sistema de preparación de mezclas densas	11
2.1.2 Sistema de generación de vapor sobrecalentado	11
2.1.3 Reactor	13
2.1.4 Equipos secundarios	13
2.2 METODOLOGÍA DE EXPERIMENTACIÓN	13
2.2.1 Diseño de experimentos	13
2.2.2 Condiciones de experimentación	15
2.2.3 Acondicionamiento del carbón	15
2.2.4 Mezcla de crudos	16
2.2.5 Análisis de materias primas y productos	16
2.2.6 Preparación de mezclas CCTA	16
2.2.7 Carga del reactor	16
2.2.8 Puesta en marcha de la planta piloto	16
2.2.9 Recolección de datos	17
2.2.10 Descarga de productos	17
3. DISEÑO DE LA PLANTA PILOTO Y ADECUACION DEL SISTEMA PILOTO	18
3.1 DISEÑO DEL SISTEMA PILOTO	18
3.1.1 Diseño del sistema de preparación de mezclas densas	18
3.1.1.1 Sistema de producción de mezclas carbón agua	19
3.1.1.2 Sistema de mezcla aceite agua	19
3.1.1.3 Sistema de mezcla triple	20
3.1.1.3.1 Cálculo de mezcladores estáticos	20
3.1.1.3.2 Tanque de almacenamiento	21
3.1.1.3.3 Bomba de cavidades progresivas	21
3.1.2 Diseño del sistema de sobrecalentamiento de vapor	21

3.1.2.1 Balance de energía	22
3.1.2.2 Selección de la forma de calentamiento	23
3.1.2.2.1 Potencia requerida en las resistencias para el calentamiento	23
3.1.2.3 Longitud del sobrecalentador	24
3.1.2.4 Aislante	24
3.1.3 Diseño del reactor	26
3.1.3.1 Diseño de las bridas del reactor	27
3.1.3.2 Tornillo transportador	27
3.1.3.3 Aislante	27
3.1.4 Diseño de equipos secundarios	28
3.1.4.1 Controladores de temperatura	28
3.1.4.2 Platina de orificio	30
3.1.4.3 diseño del intercambiador de calor	30
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	32
4.1 CARBON ALIMENTADO	32
4.2 BALANCE DE MASA	32
4.3 VISCOSIDAD DE LAS MEZCLAS COMBUSTIBLES BASE	33
4.4 EFECTO DE LAS CARGAS EN FORMA DE EMULSION	35
4.5 EFECTO DEL CATALIZADOR	36
4.6 EFECTO DE LA TEMPERATURA DE REACCION Y PROPORCION DE CRUDOS	38
5. CONCLUSIONES	40
6. RECOMENDACIONES	41
BIBLIOGRAFIA	42
ANEXOS	

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Variables utilizadas en el diseño de experimentos	15
Tabla 2. Pruebas a realizar según el diseño de experimentos	15
Tabla 3. Condiciones de experimentación	15
Tabla 4. Características del sistema de mezcla carbón agua	19
Tabla 5. Características del agitador tipo turbina	20
Tabla 6. Características de los mezcladores estáticos	20
Tabla 7. Características de la bomba de cavidades progresivas	20
Tabla 8. Parámetros de diseño del sobrecalentador	21
Tabla 9. Entalpías del vapor temperatura de saturación y 480°C	21
Tabla 10. Entalpías del vapor a 400°C y 500°C y calor de la resistencia sumergible	24
Tabla 11. Parámetros de cálculo del espesor del aislante	25
Tabla 12. Resultados para el cálculo del espesor del aislante	25
Tabla 13. Parámetros de diseño del reactor	26
Tabla 14. Datos del tornillo transportador	27
Tabla 15. Datos suministrados por el programa ECOWIN green	27
Tabla 16. Datos del aislante para el reactor	28
Tabla 17. Parámetros de diseño de la platina de orificio	30
Tabla 18. Resultados del diseño de la platina de orificio	30
Tabla 19. Datos del intercambiador de calor	31
Tabla 20. Análisis próximo	32
Tabla 21. Balances de masa	32
Tabla 22. Porcentaje de fondos y livianos recuperados	33

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estructura del carbón bituminoso	2
Figura 2. Etapas implementadas en la licuefacción del carbón	3
Figura 3. Representación esquemática de la de la acción de la tetralina como donante de hidrógeno	5
Figura 4. Mecanismo del proceso de hidrotratamiento por adición de vapor	8
Figura 5. Metodología de diseño de la planta piloto	12
Figura 6. Metodología de experimentación	14
Figura 7. Diagrama de flujo del sistema piloto	18
Figura 8. Sistema de mezclado carbón agua	19
Figura 9. Tanque con agitador tipo turbina	20
Figura 10. Mezclador helicoidal	21
Figura 11. Sobrecalentador de vapor	22
Figura 12. Resistencia sumergible	24
Figura 13. Fibra de cerámica	25
Figura 14. Plano del reactor	26
Figura 15. Fibra de vidrio	27
Figura 16. Reactor implementado	28
Figura 17. Plano de los componentes del reactor	28
Figura 18. Controladores utilizados en el proceso de sobrecalentamiento	29
Figura 19. Diagrama del sistema de control sistema de sobrecalentamiento	29
Figura 20. Platina de orificio y manómetro en U	30
Figura 21. Intercambiador de calor para condensación	31
Figura 22. Viscosidades muestra 9	34
Figura 23. Viscosidades muestra 8	34
Figura 24. Comparacion viscosidades materia prima	34
Figura 25. Viscosidades muestra 7	35
Figura 26. Viscosidades muestra 1	35
Figura 27. Viscosidades muestra 3	36
Figura 28. Comparacion efecto de la emulsión	36
Figura 29. Viscosidades muestra 4	37
Figura 30. Viscosidades muestra 6	37
Figura 31. Efecto del catalizador	37
Figura 32. Viscosidades muestra 2	38
Figura 33. Viscosidades muestra 5	38
Figura 34. Efectos de la temperatura y la proporción de crudo liviano a pesado	39

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. ON-LINE AND / OR BATCH PROCESS FOR PRODUCTION OF FUEL MIXTURES CONSISTING OF COAL/ ASPHALTENES, SURFACTANT AND WATER (CCTA), AND THE OBTAINED PRODUCTS. – Documento de Patente.

Anexo B. Análisis próximo del Carbón.

Anexo C. Ecuaciones para el cálculo de la longitud del sobrecalentador.

Anexo D. Procedimiento de cálculo para el espesor de aislante del sobrecalentador.

Anexo E. Procedimiento de cálculo para platina de orificio con tomas en la brida.

Anexo F. Características del catalizador.

Anexo G. Diseño del intercambiador de calor.

Anexo H. Curva de calibración platina de orificio.

Anexo I. Procedimiento de operación del sistema piloto.

RESUMEN

TITULO:

“DISEÑO CONCEPUAL Y BASICO DE UNA PLANTA PILOTO DE COPROCESAMIENTO MEZCLAS DENSAS DE CARBÓN CRUDO PESADO TENSOACTIVO Y AGUA CCTA.”*

AUTORES:

ARENAS CALDERON EDWARD JULIAN; ORTIZ CUETO LUIS FERNEY **

PALABRAS CLAVE:

Carbón, CCTA, Crudo pesado, Catalizador, Coprocesamiento, Upgrading, hidrogenación

CONTENIDO

En el presente trabajo, se evaluaron las tecnologías existentes de Licuefacción de Carbón (Directa ó indirecta) y Upgrading de Crudos Pesados (Viscorreducción, Hidrotratamiento con vapor, etc) con el fin de adaptarlas al Coprocesamiento de Carbón y Crudo Pesado integrados en mezclas densas tipo CCTA.

Teniendo en cuenta, que el hidrocarburo presente cuando sufre el proceso de mejoramiento produce ciertos compuestos que se comportan como donadores de hidrogeno, este trabajo plantea un proceso de **Hidrogenación Catalítica directa con adición de vapor sobrecalentado** el cual en la reacción proveerá la energía necesaria para lograr el rompimiento térmico de las macromoléculas del Carbón y el Hidrocarburo y en presencia de catalizadores se comportará como una fuente de Hidrogeno. Así mismo, se diseño una planta piloto que consta de dos partes fundamentales, un sistema de sobrecalentamiento en donde se lleva el vapor desde el estado de saturación a sobrecalentado para cubrir los requerimientos de energía del sistema, y una unidad de reacción que consta de un sistema de agitación y facilidades para la inyección de vapor.

Este proceso opera a bajas presiones (70 psi) y temperaturas moderadas (máximo 450°C) ya que se aprovecha el área interfacial en las mezclas densas tipo CCTA y se integran fuentes de hidrógeno como el vapor y el hidrocarburo en presencia de catalizadores a base de níquel.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Escuela de Ingeniería Química. Director MSc. Jorge Luis Grosso Vargas

SUMMARY

TITLE:

“BASIC AND CONCEPTUAL DESIGN OF PILOT SYSTEM OF PROCESSING WHIT DENSE MIXTURES OF COAL TENSIOACTIV CRUDE OIL AND WATER CCTA”

AUTHORS:

ARENAS CALDERON EDWARD JULIAN; ORTIZ CUETO LUIS FERNEY **

KEY WORDS:

Coal, CCTA, Crude Oil, catalyst, Co processing, Upgrading and Hydrogenation.

CONTENT

In the present study, were evaluated the technologies that exist in coal liquefaction (direct or indirect) and upgrading of crude oil (visbreaking , steam hydro-treatment) with the purpose to adapt to the co-processing of coal and crude oil in dense mixtures type CCTA.

Considering that the present hydrocarbon when it suffers the improvement process produce one kind of composed that can behave like donors of hydrogen, this work means a process of **direct Catalytic Hydrogenation with over-warmed up steam addition** which in the reaction will provide the energy necessary to obtain the thermal breaking of macro-molecules of the Coal and Hydrocarbon and in the presence of catalysts will tolerate as a source of hydrogen. Also, the design of a plant pilot who consists of two fundamental parts, a system of overheat in where the steam takes from the state of saturation to over-warmed up to cover the requirements with energy of the system, and a unit of reaction that consists of a system of agitation and facilities for the steam injection.

This process operates to low pressures (40 psi) and moderate temperatures (maximum 500°C) since the interface area in the dense mixtures takes advantage of type CCTA and hydrogen sources are integrated like the steam and hydrocarbon in the presence of catalysts with nickel.

* Work of degree

** Faculty of Physicist Chemical Engineerings. School of Chemical Engineering. Manager MSc. Jorge Luis Grosso Vargas

INTRODUCCIÓN

Los procesos de hidroconversión, tanto de carbón como de crudos pesados, han tomado gran importancia en las últimas décadas, debido a la constante búsqueda de mecanismos para el fácil manejo de estos recursos y la obtención de combustibles sintéticos, como una respuesta al decaimiento en las reservas de los combustibles fósiles convencionales (Crudos livianos y gas) y la creciente demanda energética mundial. Este fenómeno no solo se ha sentido en los países en desarrollo, si no que en países como Colombia que juegan un papel fundamental en el mercado del carbón buscan alternativas y se perfilan para producir dentro de los próximos años combustibles vehiculares a partir del carbón.[†]

El proceso mediante el cual el carbón se convierte en combustibles líquidos se llama Licuefacción y se puede llevar a cabo de manera directa, adicionando el hidrógeno al Carbón, o indirecta en donde el carbón es primero gasificado y luego se agrega el hidrógeno. Mientras que los procesos de mejoramiento de crudos pesados por hidrotratamiento parten del mismo principio fundamental y contemplan también procesos de ruptura simple y de hidrotratamiento por adición de vapor.

Este trabajo partiendo de las facilidades de área interfacial y facilidades de transporte que representan las mezclas densas de carbón, combustóleo, tensoactivo y agua (CCTA) presenta una alternativa para el coprocesamiento de los hidrocarburos presentes en estas, mediante la adición de vapor sobrecalentado a bajas presiones, que en una fase experimental inicial logra obtener resultados positivos pues estos sugieren un aumento de los productos livianos del proceso así como una disminución de la viscosidad del crudo resultante lo que se pudo determinar por el estudio reológico de las corrientes de proceso que se desprenden por debajo de los 300 – 350 °C.

[†] Grosso Vargas Jorge Luís. Análisis técnico y económico para la producción de Combustibles Líquidos a Partir de Carbón. Unidad de Planeación Minero Energética UPME, 2007.

1. MARCO TEORICO

1.1. LICUEFACCIÓN DE CARBÓN

La licuefacción de carbón es el proceso mediante el cual los materiales carbonosos se convierten en combustibles líquidos ambientalmente aceptables. Es así como se obtiene combustibles sintéticos a partir de carbón lignítico, subbituminoso, bituminoso y antracítico, no obstante las producciones líquidas mas altas se obtienen a partir de los carbones bituminosos.

La estructura del carbón bituminoso consiste en grupos de carbono aromático, con cantidades apreciables de carbono hidro-aromático. En promedio cerca del 65 a 75% del carbono presente en la estructura del un carbón bituminoso típico es aromático, del 10 al 25% es hidro-aromático y cerca del 5 al 10% es alifático¹.

Los grupos o clústeres individuales como se puede apreciar en la figura 1, contienen no más de cinco o seis anillos, son químicamente ensamblados en capas o láminas por varios tipos de enlaces tales como los puentes alifáticos cortos (metileno), enlaces de éter, enlaces de sulfuro o disulfuro y quizá los enlaces de difenil; y físicamente unidos y alineados en capas mas o menos paralelas mediante interacciones como los puentes de hidrógeno y las atracciones de van der waals.

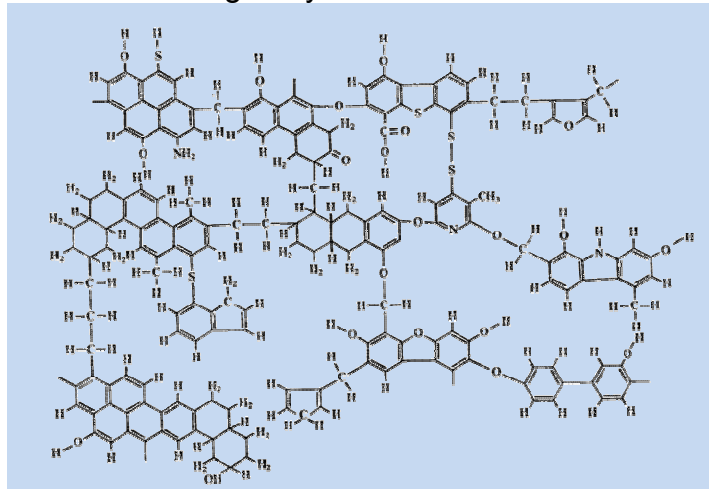


Figura 1 Estructura del carbón bituminoso¹

Cuando el carbón bituminoso se somete a procesos térmicos manifiesta un fenómeno conocido como estado de plasticidad, el cual se alcanza alrededor de los 325°C. Una vez el carbón alcanza este estado se comporta de forma fluida y los accesorios que componen los equipos de

reacción suelen ser taponados fácilmente, lo que se puede traducir en dificultades de operación. No obstante las temperaturas a las que se efectúan los procesos de licuefacción están usualmente en el rango de 400 a 550°C lo cual indica operar por encima del estado plástico, condición necesaria, pues por debajo de dicho estado se ha comprobado que los índices de conversión son muy bajos; por otra parte, temperaturas por encima de los 550°C causan craqueo excesivo dando como resultado altas producciones gaseosas¹.

1.1.1. Mecanismo del Proceso de Licuefacción. La licuefacción de carbón implica los pasos mostrados en la figura 2.

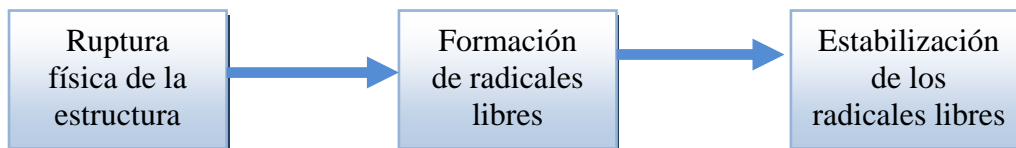


Figura 2. Etapas implicadas en la licuefacción del carbón

Cuando el carbón es calentado a temperaturas por encima de la llamada zona de plasticidad, tienen lugar procesos térmicos que generan la ruptura de la estructura física del carbón (Puente de Hidrógeno y fuerzas de Van der Waals) y la formación de pequeños fragmentos orgánicos. Así mismo se lleva a cabo la ruptura de un número significativo de enlaces químicos (depolymerización), generando al mismo tiempo los radicales libres que serán estabilizados mas tarde por otros radicales libres o por hidrógeno de los compuestos hidroaromáticos del mismo carbón o por fuentes externas.

La reducción de la viscosidad en los estados intermedios y en los productos del proceso de licuefacción tiene su explicación en el proceso de depolymerización o craqueo térmico. Pues en el proceso de calentamiento se presenta la ruptura de los hidrocarburos alifáticos en hidrocarburos de poco tamaño propiciándose así una alta producción de hidrocarburos líquidos en el intervalo de temperaturas entre 450 y 550°C y el craqueo de las cadenas alifáticas asociadas a los anillos aromáticos. Los anillos aromáticos no se craquean ni se linealizan en este rango de temperaturas.

A pesar que el proceso de licuefacción se efectúa a las temperaturas de craqueo de los hidrocarburos alifáticos, es importante que el tiempo de reacción no sea excesivo por que de ser así se dará lugar a la aromatización de la estructura y a la producción de coque. Por lo tanto si se desea maximizar la producción de combustibles líquidos, la velocidad de calentamiento debe ser alta, el tiempo de residencia a las condiciones de operación no excesivo y el enfriamiento rápido.

La estabilización de la estructura es el paso que sigue una vez se han generado los radicales libres. Dicha estabilización se lleva a cabo por la adición de hidrógeno de una fuente externa o de otros radicales más pequeños que poseen características de hidro-aromaticidad, o por la interacción con otros radicales libres motivada por la poca presencia de hidrógeno disponible, lo cual repolimeriza la estructura dando lugar a la formación de coque y por consiguiente un pobre índice de licuefacción.

1.1.2. Fuentes de Hidrógeno¹. Cuando se adiciona un solvente donante de hidrógeno a la masa reaccionante los radicales libres pueden abstraer el hidrógeno del solvente y de tal modo alcanzar la estabilización.

Los solventes Donantes de Hidrógeno pueden tener varias procedencias, estos pueden ser aceites livianos de ciclo los cuales entran ser parte de los productos líquidos de la licuefacción y no son regenerados y sustancias hidroaromáticas como la Tetralina la cual se recupera en etapas adicionales del proceso cuando pierden su poder donante de hidrógeno.

Los procesos que emplean solventes con capacidad de transferir hidrógeno lo hacen también con el fin de proporcionarle al carbón un medio fluido para que la inyección en las zonas de reacción, lo cual permite evitar también problemas de taponamiento en las tuberías. Los tiempos de reacción típicos cuando se involucran solventes donantes de hidrógeno se encuentran entre 15 minutos y una hora, pues el carbón se encuentra rodeado por dicho solvente y será más lento su proceso de craqueo. Una representación de la estabilización de los radicales por una fuente externa de hidrógeno se muestra en la figura 3.

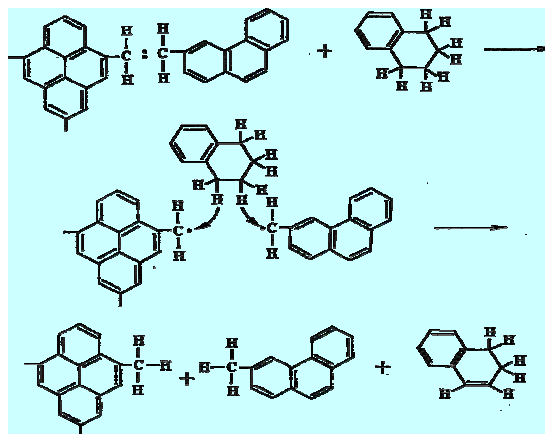


Figura 3 Representación esquemática de la acción de la tetralina como donador de hidrógeno¹

Otra forma de lograr la estabilización de los radicales libres es la adición de hidrógeno molecular a altas presiones. Esta fuente requiere además la presencia de un catalizador en el sistema, pues la quimisorción del hidrógeno sobre la superficie del catalizador puede aumentar el hidrógeno activo para estabilizar la estructura.

Adicionalmente la introducción del hidrógeno molecular y un catalizador puede promover la hidrogenación de un anillo en los clústeres multianillados seguida por la apertura del anillo y su ruptura obteniéndose así cadenas carbonadas mas lineales.

La estabilización de los radicales libres en términos generales es el elemento diferenciador de las distintas rutas seguidas por los procesos de Licuefacción de Carbón, es así como se conocen procesos directos en una o dos etapas y procesos indirectos.

1.1.3 Licuefacción directa del carbón. Los procesos de Licuefacción Directa apuntan hacia la adición de hidrógeno a la estructura del carbón. Aunque se han desarrollado muchos procesos de este tipo, casi todos tienen como característica común la disolución del carbón en un solvente que puede o no tener capacidades para transferencia de hidrógeno, la adición de hidrógeno molecular y la ruptura de la estructura carbonacea por efectos de la presión y la temperatura.

La licuefacción directa es la ruta más eficiente actualmente disponible, pero no la más utilizada, por que aunque en estos procesos se logran conversiones de la masa de carbón alimentada de alrededor del 70%, las condiciones severas de presión (150 atmosferas) sugieren altos niveles de inversión en materia de equipos y procesos para obtención e inyección de hidrógeno. No obstante los productos líquidos obtenidos en los procesos de Licuefacción directa son de muy buena calidad, si embargo usualmente pueden ser alimentados como dieta de refinería y tratados con métodos convencionales para la producción de toda la gama de combustibles que se conocen.

Los procesos directos de la licuefacción se pueden dividir convenientemente en dos grupos principales, dependiendo si la disolución inicial del carbón está separada de la conversión del carbón disuelto en productos destilables:

- Un proceso de etapa simple en el cual la licuefacción tiene lugar en un único reactor o tren de reactores, aunque algunas veces

se integra un reactor adicional para hidrotratamiento con el fin de aumentar el rendimiento en destilados primarios.

- Un proceso en dos etapas que comprende dos trenes de reacción en serie, en el primero el carbón es solubilizado y se puede integrar un catalizador de baja actividad. Los líquidos pesados producidos en la etapa inicial son hidrotratados en la segunda etapa en presencia de un catalizador de alta actividad para producir así el crudo sintético deseado².

1.1.4. Licuefacción indirecta del Carbón. La licuefacción indirecta implica, en primer lugar, la ruptura de toda la estructura del carbón mediante gasificación. La composición de los productos de la gasificación se ajusta para dar como resultado la mezcla requerida de H₂ y CO y se remueve el azufre. El gas de Síntesis resultante reacciona sobre un catalizador a presión y temperatura relativamente bajas. Los productos pueden ser hidrocarburos parafínicos u olefínicos o alcohol, dependiendo del catalizador y de las condiciones de operación aplicadas.

El único proceso comercial de la licuefacción de carbón en funcionamiento es actualmente el proceso indirecto de Sasol de Suráfrica. Sasol produce gasolina, Diesel y una amplia gama de productos químicos y ceras².

1.2. MEJORAMIENTO DE CRUDOS PESADOS Y FONDOS DE REFINERÍA

Los procesos de mejoramiento de Crudos Pesados y Fondos de Refinería conocidos habitualmente como Upgrading, no se apartan grandes distancias de los procesos ya mencionados para la Licuefacción del Carbón, pues como ya se mencionó están basados en la necesidad de aumentar la relación H/C en las materias primas con el fin de obtener productos mas fácilmente destilables y de menos viscosidad. Estos procesos comprenden al igual que la Licuefacción desde la Ruptura Térmica e Hidrotratamiento a altas presiones hasta los novedosos procesos de Hidrotratamiento con Vapor Vivo que tiene como ventaja las bajas presiones a las que operan.

1.2.1. Cracking. La ruptura de los anillos aromáticos de los crudos pesados y fondos de refinería se puede lograr mediante procesos de pirolisis en los que no interviene ninguna fuente de hidrógeno y los radicales libres producto del tratamiento térmico se estabilizan con otras

estructuras que hayan logrado ser abiertas. No obstante el proceso de Upgrading se puede lograr por simple pirolisis, los rendimientos y la reducción de la viscosidad son muy bajos, por lo tanto en la actualidad se han integrado a dichos procesos térmicos catalizadores que al igual que en la Licuefacción promueven la adición de hidrógeno para estabilizar los radicales libres y evitar la repolimerización. Estos procesos que integran catalizadores reciben el nombre de Cracking Térmico.

1.2.2. Visorreducción. La visorreducción consiste en la reducción de la viscosidad del material pesado mediante la ruptura térmica suave de los anillos de los hidrocarburos a temperaturas que se encuentran alrededor de los 450°C empleando tiempos de residencia cortos.

1.2.3. Hidrotratamiento por Adición de Vapor. El proceso de Hidrotratamiento por adición de vapor se conoce como una variante de los procesos de cracking, en el que se integra el vapor vivo como fuente de hidrógeno para estabilizar los radicales libres obtenidos en la ruptura térmica, aumentando así la producción de destilados livianos producidos.

Estos procesos contemplan la utilización de dos catalizadores destinados a funciones diferentes, el primer catalizador que usualmente es un metal alcalino tiene como función lograr la disociación del en radicales Hidrógeno y Oxígeno y el segundo catalizador formulado a base de metales del grupo VIII promueve el hidrógeno hacia la estructura hidrocarbonada que se encuentra craqueada³. Un modelo del mecanismo de los procesos de Hidrotratamiento por adición de vapor se muestra a en la figura 4.

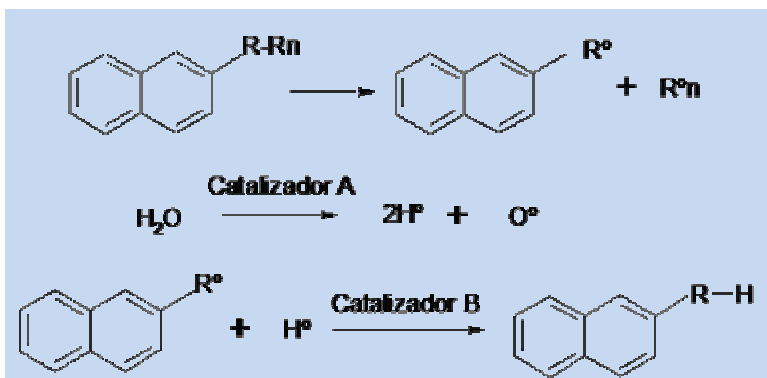


Figura 4 Mecanismo del proceso de Hidrotratamiento por adición de vapor⁴

1.3. COPROCESAMIENTO

El Coprocesamiento es generalmente una variante de los procesos de licuefacción directa del carbón, toda vez que el crudo presente puede servir o no como solvente donante de hidrógeno.

El Coprocesamiento de mezclas de carbón y crudos pesados se fundamenta en los dos procesos que se han mencionado anteriormente: El Mejoramiento de crudos pesados y la obtención de crudos sintéticos mediante Licuefacción de carbón, los cuales tienen como principio común el aumento de la relación H/C ya sea de Carbón o del crudo pesado o fondos de barril para obtener cadenas de hidrocarburos de menor peso molecular, menor punto de ebullición y por supuesto de mayor valor agregado.

En los procesos típicos de mejoramiento simultáneo de Carbón y Crudo Pesado, este último se emplea como medio de transporte para el Carbón, pero teniendo en cuenta que reacciona con la fuente de hidrógeno que usualmente se inyecta a altas presiones, el hidrocarburo da lugar a productos de menor peso molecular por lo que en el Coprocesamiento no se requiere la regeneración y reciclo del solvente que porta y que en algunos casos transfiere hidrógeno al Carbón.

El éxito del Coprocesamiento radica en el mejoramiento del hidrocarburo al mismo tiempo que se logre la licuefacción del carbón toda vez que se aprovechen los efectos sinérgicos de la integración en un solo proceso de estos materiales, de tal modo que se logra reducir los costos de capital y operación por unidad de producto. Sin embargo el crudo presente y los compuestos generados en el proceso pueden ser buenos o pobres donadores de hidrógeno y esto está determinado por la mayor o menor cantidad de compuestos hidroaromáticos presentes en la mezcla reaccionante, dando así una conversión del carbón relativa a la calidad del hidrocarburo empleado en el proceso².

El coprocesamiento como una variante de la licuefacción de carbón se convierte en la actualidad en una alternativa atractiva para la producción de Crudos Sintéticos. Esto se basa en dos factores básicamente; el primero es la poca aplicación a escala industrial que poseen los procesos de Licuefacción Directa por la presión severa a la que opera usualmente, lo que representa excesivos costos de montaje y operación y el segundo es que la industria de la refinación posee

tecnologías maduras en los procesos de Hidrotratamiento de los Crudos Pesados y los Fondos de Barril.

Los mercados actuales de los combustibles que se caracterizan por los altos costos, la escasez de crudos livianos y la subutilización del carbón que se evidencia en el país, crea una atmosfera propicia que motiva la búsqueda de alternativas combustibles mas limpias y de bajo precio, motivo por el cual los organismos gubernamentales y la empresa privada han emprendido estudios para el montaje de proyectos de Licuefacción en las zonas carboneras del país.

2. METODOLOGÍA

El proceso para obtención de Crudo Sintético a partir de Crudo Pesado y Carbón planteado en el presente trabajo esta basado en dos hipótesis fundamentales.

Las mezclas triples CCTA por su baja viscosidad provee facilidades para el transporte y alimentación del reactor, así mismo en las mezclas CCTA el carbón en micro partículas se encuentra rodeado por micro gotas de crudo lo que permitirá así como en los procesos de combustión de estas mezclas una reacción rápida y eficiente del carbón presente una vez haya sido atacado el crudo que lo rodea.⁵

La presencia de crudo dentro de la mezcla reaccionante proporcionará una fuente de hidrógeno disponible toda vez que dentro de este se encontraran compuestos hidroaromáticos capaces de ceder hidrógeno.

Las dos hipótesis mencionadas y la premisa de la concepción de un proceso que opere a condiciones de baja presión y temperatura típica de Licuefacción (40 – 100 Psi y 350 – 500°C), permitieron realizar la selección y acople de los principios básicos de los procesos de Licuefacción de Carbón y Mejoramiento de Crudos Pesados.

El mecanismo de Coprocesamiento que se plantea se puede considerar entonces como una sinergia del proceso de Licuefacción de Carbón por Solvente Donante de Hidrógeno, teniendo en cuenta que como ya se mencionó el crudo actuara como dicho solvente, y el proceso de hidrotratamiento de Crudos Pesados por adición de Vapor Sobrecalentado, pues este proceso permite la operación a bajas presiones.

La planta piloto de Coprocesamiento se debió ajustar entonces a las necesidades que sugiere este proceso como son la producción de mezclas triples CCTA y la generación de vapor a altas temperaturas el cual servirá también como medio de calentamiento de la masa reaccionante.

De igual manera la fase experimental de este trabajo se orientó a dar los primeros pasos para la validación o no de las hipótesis aquí planteadas.

2.1. METODOLOGÍA DE DISEÑO DE LA PLANTA PILOTO

El diseño del sistema piloto estuvo orientado principalmente al dimensionamiento de tres zonas fundamentales dentro de la planta piloto, cada una destinada a cumplir una función específica dentro del coprocesamiento de las mezclas densas. Estas funciones específicas respondían a las necesidades de producción de materia prima, generación de energía para calentamiento y reacción y reacción propiamente dicha; por lo que se diseñaron equipos para preparación de mezclas triples, sobrecalentamiento de vapor y reacción respectivamente. La metodología del diseño del sistema piloto se puede observar en la figura 5.

2.1.1 Sistema de preparación de mezclas densas. El sistema de preparación de triples CCTA se realizó de acuerdo a los parámetros consignados en el documento de propiedad intelectual para producción de estas mezclas, en la que se fijan las directrices para el diseño de unidades de producción de mezclas CCTA las cuales cuentan con mecanismos para carga, transporte, agitación y almacenamiento. Esta patente se puede ver en el anexo A.

El proceso de selección de equipos y facilidades para producción de mezclas CCTA se contó en este caso con un estudio de disponibilidad de equipos en el laboratorio. Por lo tanto basados en el conocimiento que se tenía de desarrollos anteriores en el área de producción de slurries de carbón en la escuela de Ingeniería Química, se logró integrar al diseño del sistema de producción de mezclas triples el equipo de preparación de slurries Carbón-Agua existente.

2.1.2 Sistema de generación sobrecalentamiento de vapor. El vapor de agua juega un papel fundamental en el sistema piloto de coprocesamiento de mezclas triples CCTA, por que es utilizado como medio de calentamiento y a la vez como una fuente de hidrógeno disponible para la reacción. El suministro de vapor para el proceso se soportó en la infraestructura que tiene la escuela de Ingeniería Química para llevar a cabo los diferentes procesos que sus laboratorios efectúan.

El vapor saturado que se alimentó a la zona de reacción proveniente de la caldera de la escuela de Ingeniería Química requiere sobrecalentamiento para poder operar a las condiciones de operación fijadas para la planta piloto. Por lo tanto se diseñó un equipo para efectuar el sobrecalentamiento del vapor producido en la caldera.

2.1.3 Reactor. Para el diseño del reactor del sistema piloto se tuvo en cuenta que este debía ser lo suficientemente versátil para cargar materias primas de diferente naturaleza (Carbón, Crudo, Carbón-Agua, Crudo-Agua, Crudo-Carbón-Agua) y para operar de forma continua, semi-continua y Batch.

2.1.4 Equipos secundarios. Los equipos secundarios que se diseñaron son aquellos como el sistema de control, bombas, intercambiadores, etc. Estos son los equipos que ayudan al buen funcionamiento del equipo y a su estabilidad.

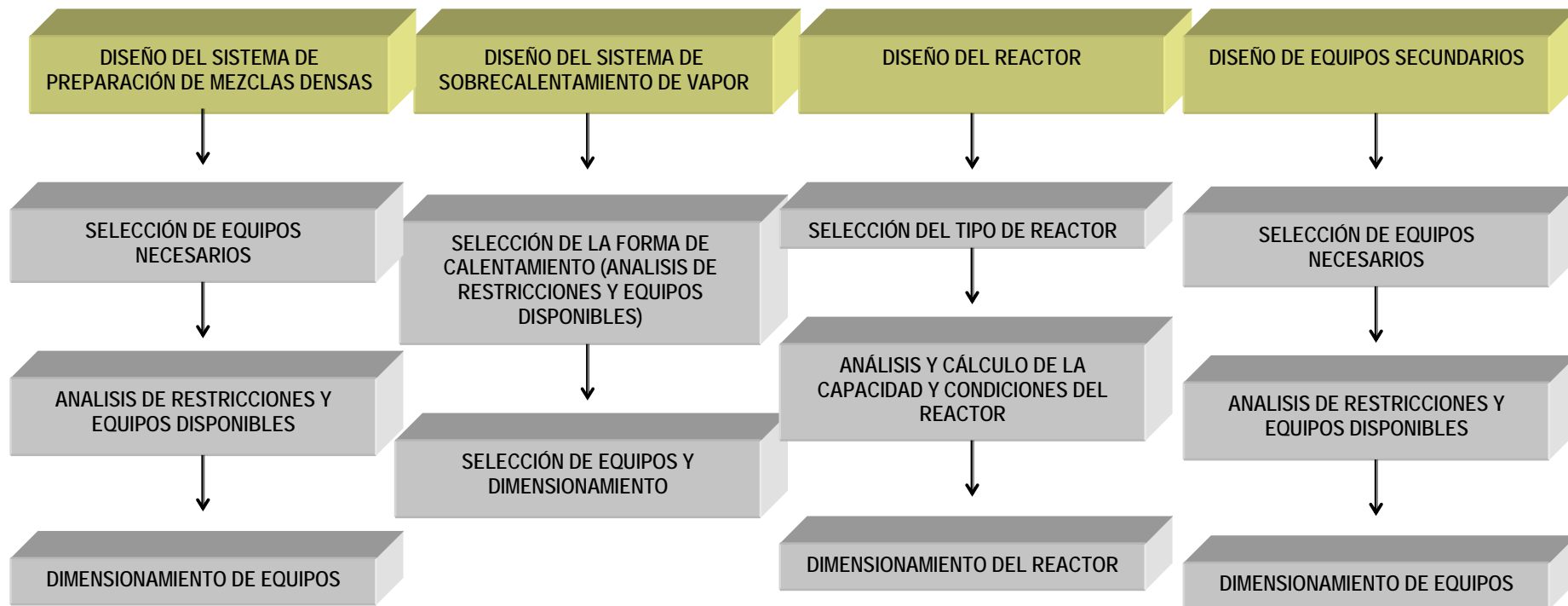


Figura 5 Metodología de diseño del sistema piloto

2.2. METODOLOGÍA DE EXPERIMENTACIÓN

Todo proceso de transformación de materia efectuado en la industria química ya sea a escala industrial, piloto o de laboratorio comprende tres etapas fundamentales: la primera es la adecuación, preparación y análisis de la calidad de materias primas. La segunda, es la puesta en marcha y operación de equipos y unidades de transformación, así como el monitoreo de las condiciones de operación preestablecidas para los mismos. Y la tercera es la adecuación y análisis de los productos obtenidos. El coprocesamiento de Mezclas CCTA que en este trabajo se plantea no se aleja de estas etapas y las sigue de manera estricta como se muestra en la figura 6.

2.2.1. Diseño de experimentos. Para la realización de este diseño de experimentos se tuvo en cuenta que en el proceso de mejoramiento de mezclas densas de carbón, crudo pesado, tensoactivo y agua, CCTA, se encuentra un amplio número de variables como tipo de crudo, tipo de carbón, tamaño de partícula, catalizador, concentración del catalizador, temperatura, tiempo de reacción, presión, etc. Es importante realizar la selección de las variables de estudio de acuerdo a su grado de influencia en el proceso y a las facilidades existentes en la experimentación

Teniendo en cuenta que este trabajo no tiene como objetivo un completo estudio cinético del coprocesamiento de carbón y crudo pesado, se analizarán solo los efectos de la temperatura y el tipo de crudo mostrados en la tabla 1. Por lo cual se realiza un diseño factorial 2^2 en donde el tipo de crudo se modificó mediante la variación en la proporción crudo pesado/crudo liviano esto con el fin de analizar las propiedades de donación de hidrógeno de las distintas mezclas.

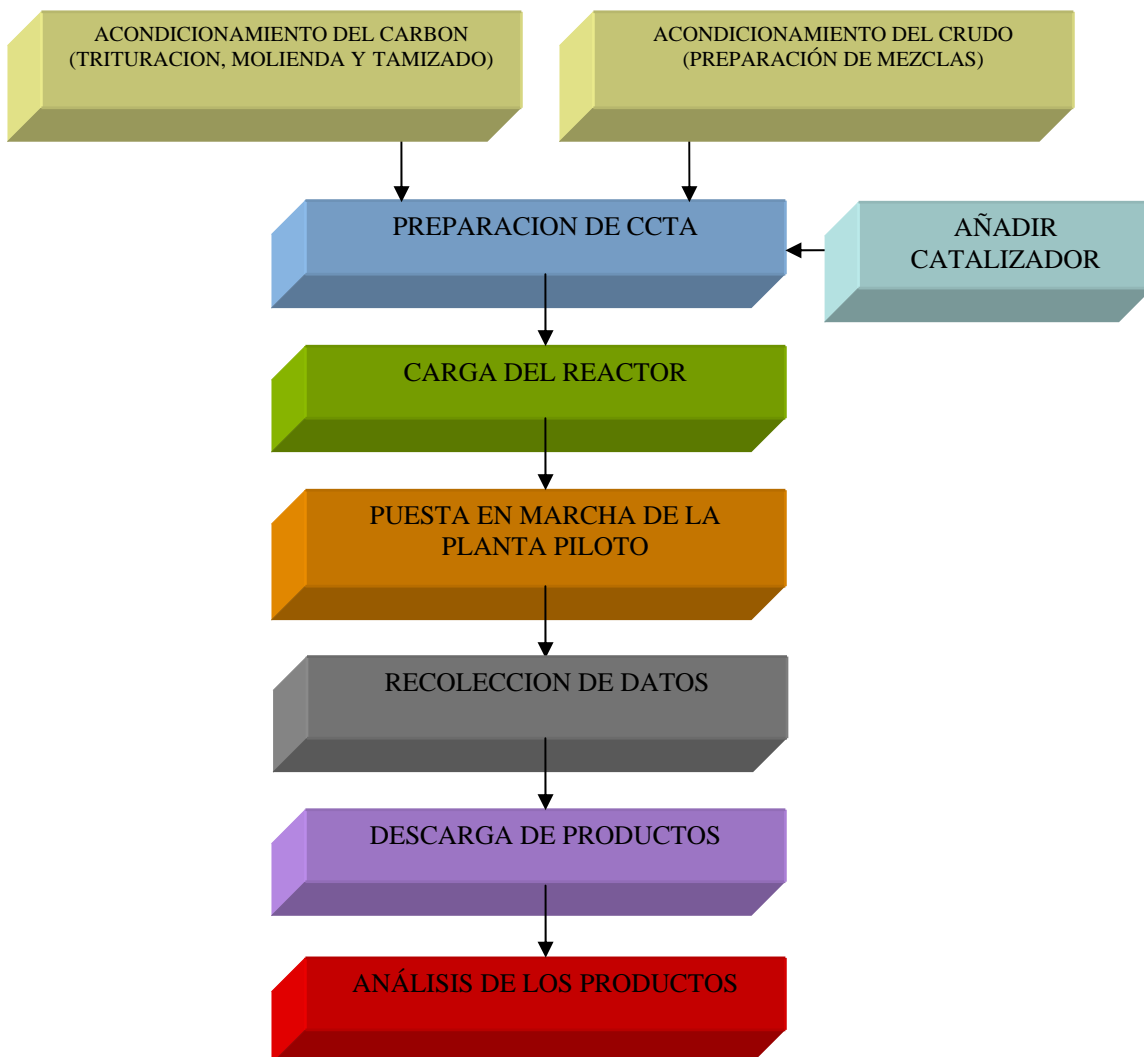


Figura 6 Metodología de experimentación

No obstante un efecto que se hacía necesario observar era el de someter a reacción las cargas de manera emulsionada o simplemente mezclada. Para tal fin se tomó como referencia la mezcla de crudo base 70/30, se mezcló con la cantidad de carbón típica de cualquier mezcla combustible utilizada en el otro conjunto de pruebas y se hizo reaccionar a 500° durante el mismo tiempo de reacción de las pruebas anteriores.

Variable	Minino valor	Máximo valor
Relación crudo pesado/crudo liviano	50/50	70/30
Temperatura	380°C	450°C

Tabla 1 Variables utilizadas en el diseño de experimentos

Prueba	Tipo de crudo (%crudo pesado-%crudo liviano)	Temperatura del vapor (°C)
1	70-30	350
2	70-30	500
3	50-50	350
4	50-50	350

Tabla 2 Pruebas a realizar según el diseño de experimentos

2.2.2. Condiciones de experimentación. Las condiciones bajo las que se llevó a cabo la operación se muestran en la tabla 3.

Condición	Valor
Tiempo de operación (h)	2
Cantidad de carga (kg)	10
Requerimiento de catalizador (ppm)	550
Flujo de vapor (kg/h)	35
Presión reactor (psi)	40

Tabla 3 Condiciones de experimentación

2.2.3. Acondicionamiento del carbón. El carbón para ser integrado a la formulación de mezclas triples CCTA debe tener una distribución granulométrica que contenga una gran proporción de finos⁵, por lo tanto el carbón utilizado en este caso, carbón de las minas de San Luis del departamento de Santander, es sometido a proceso de reducción de tamaño en los equipos con que cuenta el laboratorio de procesos, para tal final secuencia de reducción de tamaño utilizada fue: el carbón de gran tamaño se llevo a la trituradora de mandíbulas, luego paso por un molino de bolas para disminuir el tamaño de partícula. A continuación se tamizó, recogiendo el carbón cuyo tamaño de partícula pasa por la malla No 120 de la serie Talyer y finalmente este carbón obtenido se llevó nuevamente al molino de Bolas en donde se logro disminuir aun mas su tamaño.

2.2.4. Mezcla de crudos. El crudo utilizado es una de las variables del proceso, este va a ser una mezcla de dos crudos pero en diferentes

proporciones, en este caso se utiliza crudo “SAN FERNANDO” y “CRUDO SURIA”, las proporciones que se utilizaron son 70%-30% y 50%-50% respectivamente.

2.2.5. Análisis de materias primas y productos. Antes de ser integrado a las mezclas CCTA, el carbón fue caracterizado mediante los siguientes análisis:

- Análisis Próximo por termo gravimetría (ver anexo B)⁶.
- Distribución Granulométrica.

Por otra parte y para estándares de comparación entre las materias primas utilizadas y los productos obtenidos, a los crudos base se les adicionó el respectivo porcentaje de carbón equivalente al necesario para la constitución de la mezcla CCTA y esta mezcla resultante al igual que los productos se caracterizó mediante estudio de Reología (variación de la viscosidad con la temperatura y la velocidad de deformación).

2.2.6. Preparación de la mezcla CCTA. Para la preparación de la mezcla CCTA se tiene como referencia la patente que se presenta en el anexo A. En la preparación hay dos etapas fundamentales que son la preparación de la mezcla carbón-tensoactivo-agua y la preparación de la mezcla crudo-tensoactivo- agua. En esta etapa es cuando se añade el catalizador, en este caso es Acetato de níquel soportado en alúmina. las características se muestran en el anexo F

2.2.7. Carga del reactor. El reactor se cargó con 10 kilos de mezcla densa CCTA. En esta etapa reactor está previamente precalentado para evitar taponamiento en la válvula de carga al reactor.

2.2.8. Puesta en marcha de la planta piloto. La planta piloto se puso en marcha comenzando por permitir el paso de un flujo determinado de vapor a una presión constante. Luego se encendieron las resistencias eléctricas del sobrecalentador de vapor teniendo en cuenta que el aumento de temperatura hasta la temperatura de operación se debe hacer escalonadamente para prevenir daños en estas. En este mismo momento se permitió flujo del fluido de enfriamiento, en este caso agua, por los intercambiadores de calor. Al llegar al punto de operación deseado se estabilizó el sistema y se operó el tiempo requerido.

2.2.9. Recolección de datos. Durante el proceso se tomaron los siguientes datos:

- Diferencial de presión en la platina de orificio

- Presión de entrada
- Temperatura de la salida del vapor
- Temperatura de entrada del vapor al reactor
- Presión del reactor
- Temperatura del reactor
- Temperatura a la salida del reactor
- Temperatura de los intercambiadores
- Consumo de gas

2.2.10. Descarga de productos. Al finalizar el tiempo de reacción se despresurizó el reactor cortando el flujo de vapor, después de esto se descargaron los productos pesados ya que los livianos se han ido recogiendo a lo largo del proceso en tanques de almacenamiento dispuestos después del sistema de condensación.

3. DISEÑO DE PLANTA PILOTO Y ADECUACION BANCO DE PRUEBAS

3.1 DISEÑO DE LA PLANTA PILOTO

En la figura 7 se muestra diagrama de flujo de la planta diseñada.

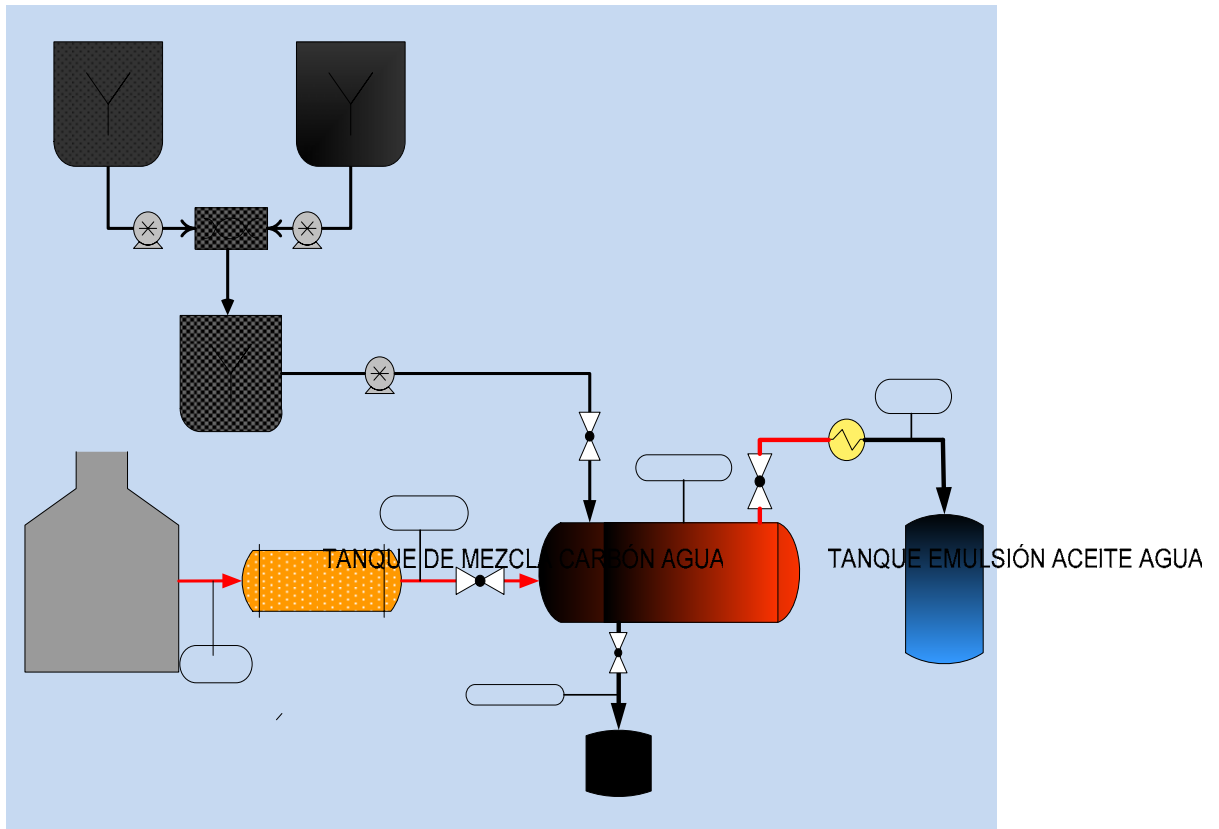


Figura 7 Diagrama de flujo del sistema piloto

3.1.1 Diseño del sistema de preparación de mezclas densas. El sistema consta de 3 partes fundamentales que son, el sistema de mezcla carbón agua, el sistema de mezcla aceite agua y el sistema de mezclas CCTA

BOMBA DESPLAZAMIENTO POSITIVO BOMBA DESPLAZAMIENTO POSITIVO

BOMBA DESPLAZAMIENTO POSITIVO

19 TANQUE DE MEZCLA TRIPLE

P=60 Psi
T= 500°C

3.1.1.1 Sistema de producción de mezclas carbón agua



Figura 8 Sistema de mezcla carbón-agua

El sistema de preparación de mezclas carbón-agua que se adecuó al sistema piloto posee las características que se muestran en la tabla 4.

Tolva de alimentación	0,28 m ³	
Tornillo sinfin	Diámetro (in)	(6)
	Paso (in)	(7)
	Angulo de avance	8°
	Longitud m	1
	Diámetro del eje (in)	(1)
	rpm tornillo	90
Tanque de almacenamiento	55 galones	
Agitador	Tipo turbina inclinada	
Rpm máximas agitador	1695	

Tabla 4 Características del sistema de mezcla carbón agua

3.1.1.2 Sistema de mezclas aceite agua. Para los sistemas de emulsiones aceite/agua se diseña un tanque de 50 litros agitado, construido en lámina de acero de 3 mm de espesor. La relación heurística H/D es 1,5 entonces:

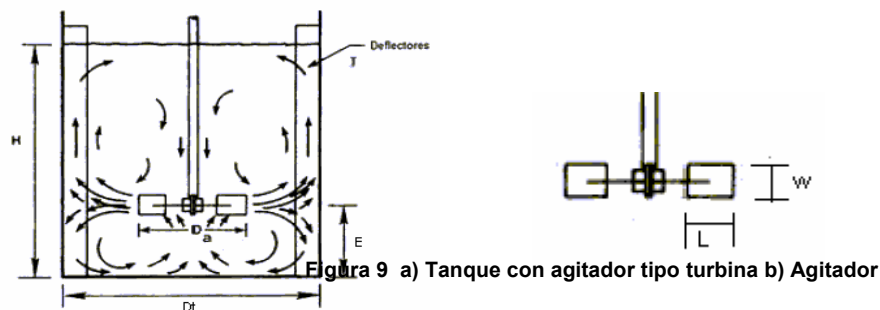
$$H = \sqrt{V/\pi r^2} = 0,52 \text{ m}$$

$$D = 0,35 \text{ m}$$

Para este sistema se calculó un agitador tipo turbina de disco con las características mostradas en la tabla 5⁷.

Parámetro	Relación	Valor
Diámetro del agitador D_a	$D_a/D_{\text{tanque}} = 1/3$	11,7 cm
Distancia entre el fondo del tanque y el agitador E	$E/D_{\text{tanque}} = 1/3$	11,7 cm
Ancho de la paletas W	$W/D_a = 1/5$	2,3 cm
Longitud de la paleta L	$L/D_a = 1/4$	2.9 cm
Grosor de la placa deflectora J	$J/D_{\text{tanque}} = 1/12$	3 cm
Potencia requerida		¼ hp

Tabla 5 características del agitador



3.1.1.3 Sistema de mezcla triple. El sistema piloto tiene como base de producción 10 kg de mezcla tipo CCTA, bajo esta base se calcula el sistema de mezcla triple.

3.1.1.3.1 Cálculo de los mezcladores estáticos. Mientras se bombea la mezcla de carbón agua y la emulsión aceite agua hacia el tanque de almacenamiento, estos pasan por un sistema de mezcladores estáticos. El cálculo de estos mezcladores se muestra en la tabla 6⁷.

Tipo de mezcladores	De elemento helicoidal (Fig 10)
Longitud de la unidad de mezclado	1,5 veces el diámetro
Velocidad de flujo en tubería	2 m/s
$Re_{\text{mezcla}} = 3157 \cdot Q \cdot S / \mu \cdot \varnothing$ $Q = 0,039 \text{ m}^3/\text{s}$ $\mu = 5000 \text{ cp}$ $\varnothing = 2 \text{ inch}$	49
Condiciones para establecer el numero de elementos	$1000 > Re > 100$ 6 unidades $100 > Re > 10$ 12 unidades $10 > Re$ 18 unidades
Longitud del sistema	36 inch

Tabla 6 Características de los mezcladores estáticos

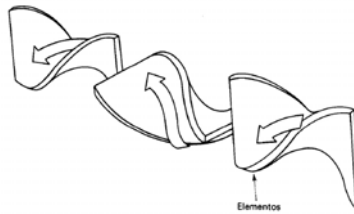


Figura 10 Mezclador helicoidal

3.1.1.3.2 Tanque de almacenamiento. Las mezclas CCTA se almacenarán en un tanque de 50 litros, construido en lámina de acero de 3 mm de espesor. La relación heurística H/D es 1,5 entonces:

$$H = \sqrt[3]{V/\pi r^2} = 0,52 \text{ m}$$

$$D = 0,35 \text{ m}$$

3.1.1.3.3 Bomba de cavidades progresivas. Para el bombeo de la mezcla se calculó una bomba de cavidades progresivas cuyas características se muestran en la tabla 7

ΔP tubería	512 kPa
Re tubería = $\rho V\Phi/\mu$	20
Factor de fricción = $16/Re$	0,8
ΔP en mezcladores estáticos = $6 \Delta P$ tubería	768 kPa
Cabeza requerida para la bomba	19 Psi
Potencia	½ hp

Tabla 7 características bomba de cavidades progresivas

3.1.2 Diseño del sistema de sobrecalentamiento de vapor. Los procesos que se realizaron requieren temperaturas elevadas del orden de 500°C, por lo que se hizo necesario el diseño de un sistema de sobrecalentamiento, mostrado en la figura 11, que aumente la temperatura del vapor desde la temperatura de salida de la caldera hasta la deseada.

En la tabla 8 se muestran los parámetros tenidos en cuenta para este diseño, hay que tener en cuenta que el dato del diámetro de la tubería se escogió por facilidades de consecución para el montaje del sistema piloto.

Parámetro	Valor
Flujo de vapor	40 kg/h
Presión de entrada	70 psi
Estado	Saturado
Temperatura de entrada del vapor	150,53°C

Temperatura de salida del vapor	480 °C
Material de la tubería	Acero al carbono
Diámetro interno de la tubería	2 in
Diámetro externo de la tubería	2,5 in
Conductividad térmica del acero	37W/m*K
Capacidad calorífica del vapor (590°K)	2.003J/Kg*K

Tabla 8 Parámetros de diseño del sobrecalentador

En la tabla 9 se muestran los datos de entalpía de vapor a las condiciones de entrada, es decir a temperatura de saturación y a la máxima temperatura de trabajo.

Unidades SI	Unidades Inglesas
$h_{482,65kPa}^{sat} = 2747,006 \text{ kJ/kg}$	$h_{70psi}^{sat} = 1181 \text{ Btu/lbm}$
$h_{482,65kPa}^{480^{\circ}C} = 3441,608 \text{ kJ/kg}$	$h_{70psi}^{896^{\circ}F} = 1479,625 \text{ Btu/lbm}$

Tabla 9 Entalpías del vapor⁹



Figura 11 Sobrecalentador de vapor

3.1.2.1 Balance de energía. Para calcular el calor necesario para aumentar la temperatura del vapor hasta la deseada se realizó un balance de energía como el que se muestra en la ecuación 1.

$$\dot{Q} = \dot{m}_{\text{vapor}} \cdot \Delta h \text{ (Ecuación 1)}$$

Con los datos presentados en la tabla se realizaron los cálculos y se obtiene que el calor que debe ser suministrado es el mostrado en la ecuación 2.

$$\dot{Q} = 40 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{h}}{3600\text{s}} \cdot (3441,608 - 2747,006) \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} = 7,72 \frac{\text{kJ}}{\text{s}}$$

$$\dot{Q} = 26331,635 \frac{Btu}{h} \text{ (Ecuación 2)}$$

3.1.2.2 Selección de la forma de calentamiento. Teniendo en cuenta las condiciones operacionales del laboratorio de procesos de la escuela de ingeniería química de la UIS y las condiciones de seguridad que se deben tener, no fue posible instalar un horno con quemador para combustibles como gas natural, carbón o fuel oil, por tanto se tomó la decisión de sobrecalentar el vapor por medio de resistencias eléctricas. Al revisar las condiciones de temperatura que deben soportar, se encuentra que la mejor opción son las resistencias de tipo alambre ya que esta puede soportar una temperatura superior a los 900°C. La resistencia de alambre más común y la que fue utilizada es de aleación 80Ni-20Cr.

Para la construcción del sobrecalentador se decidió utilizar resistencia de alambre con un recubrimiento cerámico para evitar contacto con la tubería de vapor, a la cual va sujeta mediante abrazaderas de acero inoxidable.

3.1.2.2.1 Potencia requerida en las resistencias para el calentamiento. La potencia requerida para el sobrecalentamiento del vapor es el valor calculado en el balance de energía (ecuación 2). Sin embargo, hay que tener en cuenta las pérdidas irreversibles del proceso y las pérdidas que se dan con el ambiente. Es por esto que se debe tener en cuenta un porcentaje de exceso para el cálculo de la potencia necesaria que en este caso será del 50%.

Entonces la potencia requerida la calculada en la ecuación 3.

$$P = 7,72kW \cdot 1,50 = 11,58 \approx 12kW \text{ (Ecuación 3)}$$

Con el fin de proteger las resistencias de tipo alambre, mantener constante la temperatura del vapor a la entrada del reactor y lograr altas temperaturas en periodos mas cortos de tiempo, se sobredimensionó la disponibilidad energética, lo cual fue posible adicionando al sistema una resistencia de tipo sumergible. En la tabla 10 se muestra la potencia requerida por la resistencia sumergible en donde se evidencia que se asumió que el vapor a la salida de las resistencias de alambre tenía una temperatura de 400°C y se requería a 500°C.

$h_{482,65kPa}^{400^{\circ}C} = 3272,07 \text{ kJ/kg}$
$h_{482,65kPa}^{500^{\circ}C} = 3483,9 \text{ kJ/kg}$
$\dot{Q} = 2,4 \text{ Kw}$

Tabla 10 entalpías de vapor a 400°C y 500°C y Calor de la resistencia sumergible⁹



Figura 12 Resistencia sumergible

3.1.2.3 Longitud del sobrecalentador. Teniendo en cuenta los parámetros de diseño expuestos en la tabla 11 se calculo la longitud del sobrecalentador con la ecuación 4 que es para intercambiadores de calor con temperatura de pared constante y asumiendo que esta temperatura es 800°C. En el anexo C se muestra el cálculo de la longitud del sobrecalentador.

$$\frac{T_{s,v} - T_{e,v}}{T_o - T_{e,v}} = 1 - e^{\frac{-UA}{\dot{m}_v \cdot C_{p_v}}} \quad (\text{Ecuación 4})$$

Entonces se obtiene que la longitud es:

$$l = 1,88 \text{ m} \approx 1,9 \text{ m} \quad (\text{Ecuación 5})$$

3.1.2.4 Aislante. Mientras que las lanas minerales no soportan temperaturas mayores a 700°C y no resisten además la acción directa de las llamas, las fibras de cerámicas (figura 13) se han desarrollado en los últimos años y se han utilizado ampliamente en aislamientos de cara caliente y temperaturas máximas hasta de 1.500°C por tanto es conveniente para el proceso.



Figura 13 Fibra de cerámica

El criterio de diseño para saber cual es el espesor de aislante necesario es la temperatura en el exterior del este, se requiere que esta temperatura no supere los 60°C para evitar accidentes de trabajo. La tabla 11 muestra los parámetros para el cálculo del diámetro del aislante.

Parámetro		Valor
T en la pared de las resistencias	(°C)	700
T del aire	(°C)	27
Espesor de la arena	(m)	0,0508
Conductividad térmica de la arena	(W/m K)	0,582
Diámetro de las resistencias	(m)	0,0658
Longitud del sobrecalentador	(m)	1,8
Conductividad del aislante	(W/m K)	0,05
Espesor manta cerámica	(m)	0,03

Tabla 11 Parámetros de cálculo del espesor del aislante

En la tabla 12 se muestran los resultados del cálculo del espesor del aislante en donde se ve que el diámetro es 0,21 metros para que la temperatura no supere los 60°C. El procedimiento de cálculo se muestra en el anexo D.

Número de vueltas de aislante	Espesor (m)	Q (J/s)	T
1	0,03	974,856804	168,679187
2	0,06	656,098548	117,713691
3	0,09	518,561237	96,0185592
4	0,12	442,458229	81,2339186
5	0,15	392,490989	72,0620019
6	0,18	358,142676	63,2998277
7	0,21	330,686353	60,0836633
8	0,24	309,757057	56,4405275

Tabla 12 Resultados para el cálculo del Espesor de aislante

3.1.3 Diseño del reactor. En la reacción de coprocesamiento por inyección de vapor sobrecalentado se ponen en la mezcla de hidrocarburos como fase líquida estacionaria y el vapor en fase gaseosa como fase continua.

El reactor diseñado es un espacio propicio para ese contacto y por lo tanto opera de forma **CONTÍNUA** para la **FASE GASEOSA** y por **COCHADAS** para la **FASE HIDROCARBURO**.

Los parámetros para el diseño del equipo son la temperatura, la presión y la capacidad. Los datos de diseño y las características del reactor se muestran en la tabla 13, y el plano del reactor en la figura 14.

Parámetro	Valor
Presión Máxima (Psi)	200
Capacidad (l)	20
Temperatura Máxima (°C)	1000
Forma	Cilíndrico
Entrada de vapor	Flauta de 3 entradas con diámetro 1"
Válvulas	Tipo Globo
Tiempo de Residencia para la fase gaseosa (S)	1

Tabla 13. Parámetros de diseño del Reactor

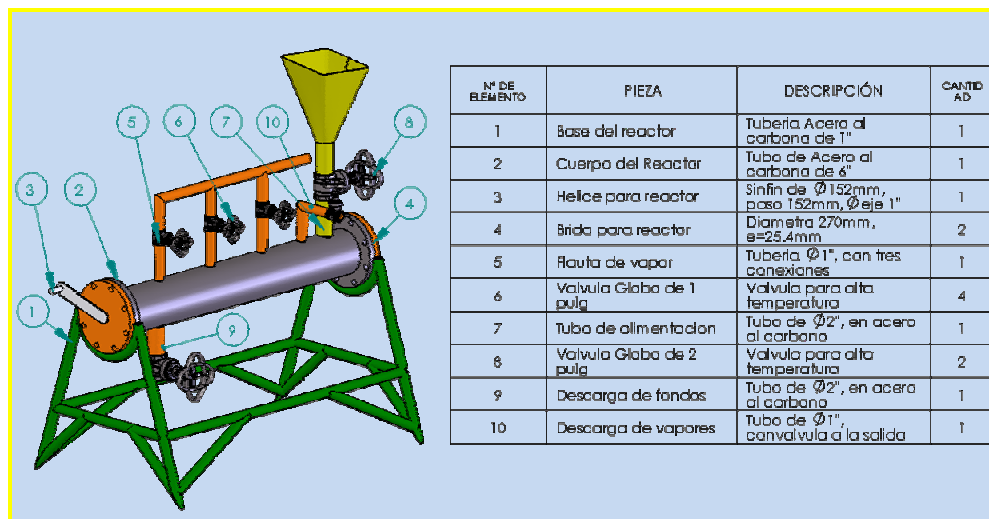


Figura 14 Plano del reactor

3.1.3.1 Diseño de las bridas del reactor. La selección de las bridas se realiza de acuerdo a las normas TEMA tomando como base una presión de diseño de 150 lb y diámetro de la tubería 6 in. De acuerdo a la norma las dimensiones de la brida son: diámetro externo de la brida 11 in, espesor 1 in y número de pernos 8.

3.1.3.2 Tornillo Transportador ¹¹. El diseño del tornillo se realizó para un tornillo estándar en donde el paso es igual al diámetro y con ángulo de avance de 8 grados. El material del tornillo es acero al carbono ya que los parámetros de temperatura son los mismos del reactor. En la tabla 15 se muestran los datos del tornillo.

Datos	Valor
Diámetro mm, (in)	152,4 , (6)
Paso mm, (in)	152,4 , (6)
Angulo de avance	8°
Longitud m	1,3
Diámetro del eje mm ,(in)	25,4 , (1)

Tabla 14 datos del tornillo transportador

3.1.3.3 Aislante. El material aislante escogido es fibra de vidrio (fig 15) ya que cumple con las características necesarias. El cálculo del espesor se realizó usando el programa ECOWIN breen suministrado por fiberglass Colombia S.A.

En la tabla 15 están los parámetros necesarios para el cálculo del espesor.

Temperatura ambiente °C	26
Temperatura de operación (°C)	500
Emisividad	0,5
Velocidad del viento	Nula
Diámetro nominal (in)	6
Orientación	Horizontal

Tabla 15 datos suministrados al programa ECOWIN green.
Fibra de vidrio



Figura 15

En la tabla 17 se muestran los resultados entregados por el programa ECOWIN green para el espesor de aislante utilizado.

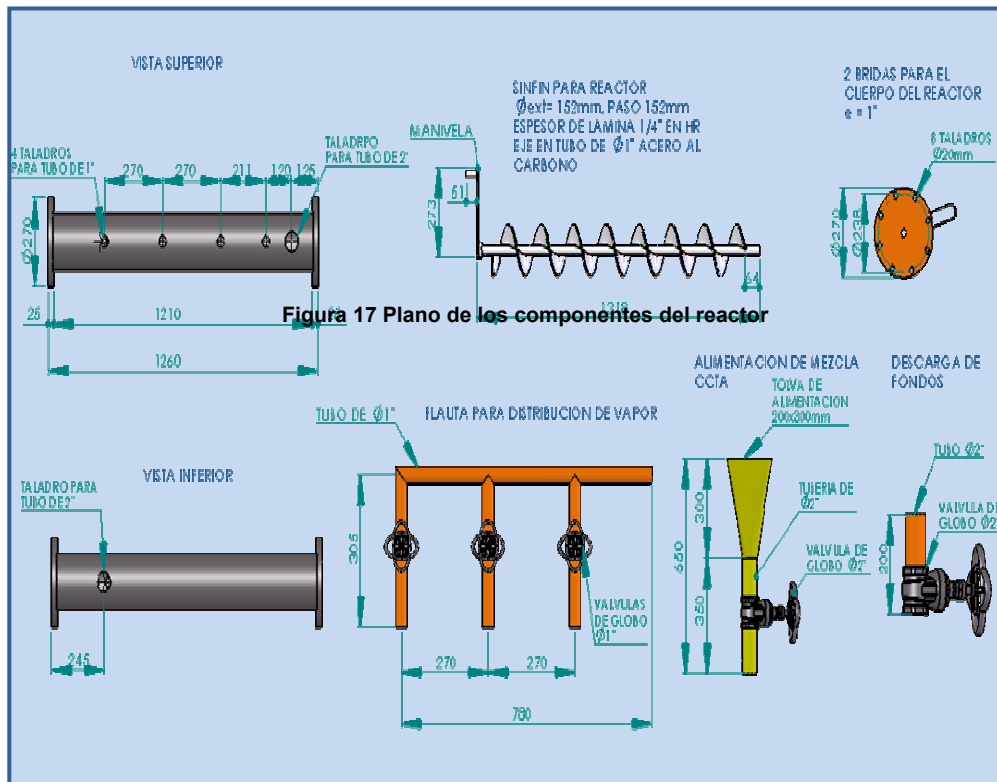
Datos	Valor
Espesor recomendado (in)	6,5
Temperatura superficial (°C)	29,52
Calor disipado aún con aislamiento (W/m)	174,26
Calor disipado con la superficie desnuda (W/m)	11,010.02
Eficiencia de aislamiento	98,42

Tabla 16 Datos del aislante para el reactor

En la figura 16 se muestra el reactor que se implemento en el sistema piloto y en la figura 17 se muestra un plano pieza a pieza del reactor.



Figura 16 Reactor implementado



3.1.4 Diseño equipos secundarios

3.1.4.1 Controladores de temperatura. Los controladores escogidos son del tipo on-off ya que son de fácil consecución y permiten ser

utilizados para los requerimientos del proceso. Se necesitan dos controladores para el servicio de sobrecalentamiento de vapor. El primer controlador sensa la temperatura de las resistencias, en este caso las de tipo alambre, y la mantiene constante. El segundo controlador sensa la temperatura de entrada del vapor al reactor y la mantiene estable por medio de la resistencia sumergible.

En ambos casos los controladores constan de un pirómetro con sensor tipo K marca POWERLINE y un contactor a 220v para 60, mostrados en la figura 18



Figura 18 controladores utilizados en proceso de sobrecalentamiento.

El sistema de control on-off implementado se muestra en el diagrama de la figura 19.

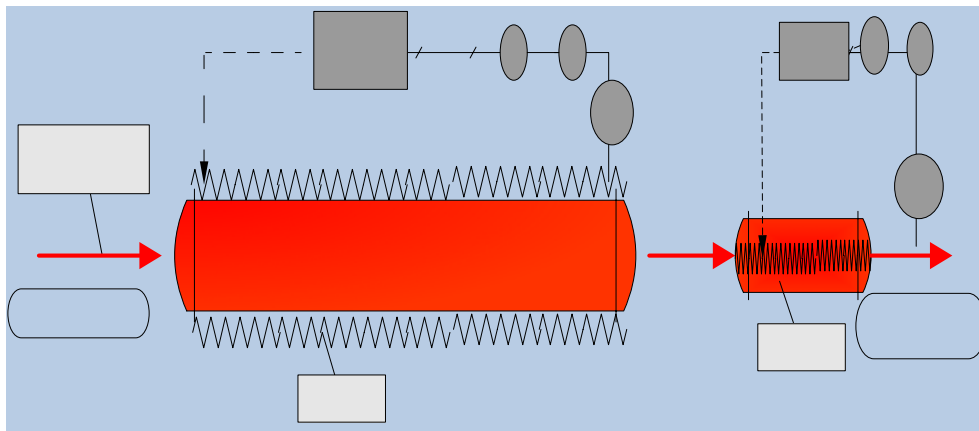


Figura 19 Diagrama sistema de control sistema de sobrecalentamiento

3.1.4.2 Platina de orificio. Esta platina de orificio, mostrada en la fig se diseñó para poder conocer el flujo de vapor que se proporciona al proceso. Para el cálculo de la platina de orificio se siguió la Norma ISO 5167-1980¹⁰ y el procedimiento realizado se muestra en el anexo E. En la tabla 17 se muestran los datos de entrada para el cálculo de la platina de orificio y en la tabla 18 los resultados.

Parámetro	Valor
Temperatura de servicio (°C)	160
Temperatura ambiente (°C)	27
Densidad del fluido (kg/m ³)	3,2567
Diámetro tubería a T amb (mm)	25,4
Flujo másico (kg/s)	0,01111111
Viscosidad absoluta (cp)	0,127
Diferencial de presión (bar)	0,02983254
Presión en la toma de alta presión (bar)	6,8947
Coefficiente de dilatación de la tubería (mm/m)	0,0000117
Coefficiente de dilatación de la placa (mm/m)	0,000016
Numero de Reynolds	4378,6618

Tabla 17 Parámetros de diseño de la platina de orificio

Diámetro del orificio (mm)	12,5007766
Beta (d/D)	0,4913919
Posición de la toma	Brida

Tabla 18 Resultados diseño de la platina de orificio



FIG 20 Platina de orificio y manómetro en u

3.1.4.3 Diseño del intercambiador de calor. Para calcular el área de intercambio de calor necesario para condensar los vapores que salen del reactor, se tuvieron en cuenta los parámetros experimentales mostrados en la figura 20, ya que en el montaje del sistema piloto se utilizaron dos intercambiadores en serie existentes en el laboratorio de procesos y esto nos permitió establecer dichos parámetros.

En la figura 21 están los datos de temperatura necesarios para el cálculo del intercambiador. En la tabla 19 se muestran las ecuaciones que se utilizaron para el cálculo del intercambiador de calor de tubos y carcasa, y los resultados correspondientes. En el anexo G se muestra el procedimiento de cálculo.

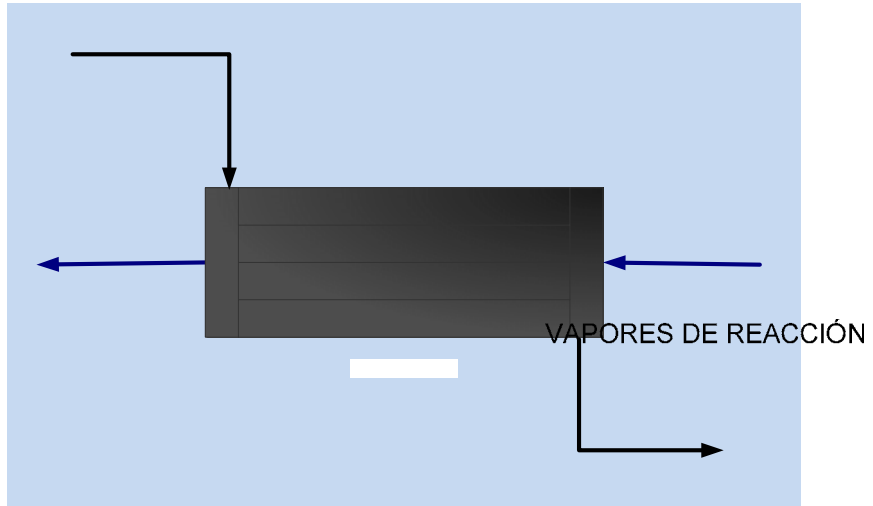


Figura 21 Intercambiador de calor para condensación

Datos	Valor
$Q = \dot{m} C_p \Delta T$ (kJ/s)	T= 55 °C ₁₃₁
$A = \frac{Q}{U \Delta T L M}$ (m ²)	0,31
Longitud del intercambiador (m)	6,5
Configuración	AGUAS DE ENFRÍAMIENTO Tubos y Carcasa
Numero de tubos (tubería normalizada) ⁸	12
Diámetro de los tubos (in)	3/4

Tabla 19 Datos del intercambiador de calor

CONDEN

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS EXPERIMENTALES

4.1 CARBÓN ALIMENTADO

El carbón utilizado en la preparación de la materia prima es de tipo bituminoso de la región de San Luis del Departamento de Santander, su análisis próximo se muestra en la tabla 20, este carbón de disminuyó hasta un diámetro de partícula promedio de 50 micrómetros apto para formulación de mezclas CCTA y tiene una densidad de 1298kg/m³

CARACTERISTICA	VALOR %
HUMEDAD	1,18
MATERIAL VOLATIL	12,3
CARBONO FIJO	33,52
CENIZAS	12,97

Tabla 20. Análisis próximo

4.1 BALANCE DE MASA

En los balances que se presentan en la tabla 21, se hacen con referencia a la cantidad de crudo y carbón cargados. En este caso la CCTA cargada fue de aproximadamente 10 kg en una proporción 50/50 de mezcla combustible y agua respectivamente, es decir, la cantidad de combustible cargado es aproximadamente 5 kg.

Muestra No.	Relación del crudo Base*	Condiciones de operación	Masa de Crudo alimentada (g)	Masa de Carbón Alimentada (g)	Fondos de Proceso (g)	Livianos de Proceso** (g)
1	70/30	Emulsionado Sin catalizador 500°C	3000	2520	2194	3326
2	70/30	350 °C	3000	2520	1900	3620
3	70/30	500 °C	3000	2520	1830	3690
4	50/50	Emulsionado Sin catalizador %500°C	3000	2520	1880	3640
5	50/50	350 °C	3000	2520	1700	1840
6	50/50	500 °C	3000	2520	3800	1720
7	70/30	Sin Emulsionar Sin catalizador 500°C	3000	2520	4000	1520

Tabla 21 Balance de masa

*Las mezclas CCTA fueron formuladas a partir de dos mezclas de crudo San Fernando - Suria con relación 70/30 y 50/50

**La masa de livianos del proceso se estima por la diferencia entre la masa combustible alimentada y los fondos obtenidos de proceso teniendo en cuenta que estos son los fácilmente cuantificables.

Según los datos mostrados en la tabla 22 se puede ver que el porcentaje en la recuperación de los productos livianos siempre aumenta, sin embargo en las pruebas donde no se emulsionó la mezcla carbón agua el porcentaje disminuyó, debido a que solo se llevó a cabo una destilación simple y por tanto alguna parte de los productos livianos salió en los fondos.

Relación del crudo Base*	Condiciones de operación	Condiciones de operación	% Fondos Alimentada	% Fondos de Proceso	%Livianos de Alimentada	%Livianos de Proceso
70/30	Emulsionado Sin catalizador 500°C	Emulsionado Sin catalizador	62,77	39,75	37,23	60,25
70/30	350 °C	350 °C	62,77	34,42	37,23	65,58
70/30	500 °C	500 °C	62,77	33,15	37,23	66,85
50/50	Emulsionado Sin catalizador 500°C	Emulsionado Sin catalizador	57,88	34,06	42,12	65,94
50/50	350 °C	350 °C	57,88	30,80	42,12	69,20
50/50	500 °C	500 °C	57,88	32,61	42,12	67,39
70/30	Sin Emulsionar Sin catalizador	Sin Emulsionar Sin catalizador	62,77	72,46	37,23	27,54

Tabla 22 % fondos y %Livianos recuperados

4.2. VISCOSIDAD DE LAS MEZCLAS COMBUSTIBLES BASE.

Como se mencionó en la sección 2.2.5 para establecer criterios de comparación entre los productos obtenidos y las mezclas combustibles base (Carbón-Crudo 50/50 y Carbón-Crudo 70/30) se determinó la viscosidad de estas a diferentes velocidades de deformación, como se muestra a continuación.

Las tablas de la caracterización reológica por viscosimetría de estas mezclas así como de los productos obtenidos se puede ver en el Anexo j.

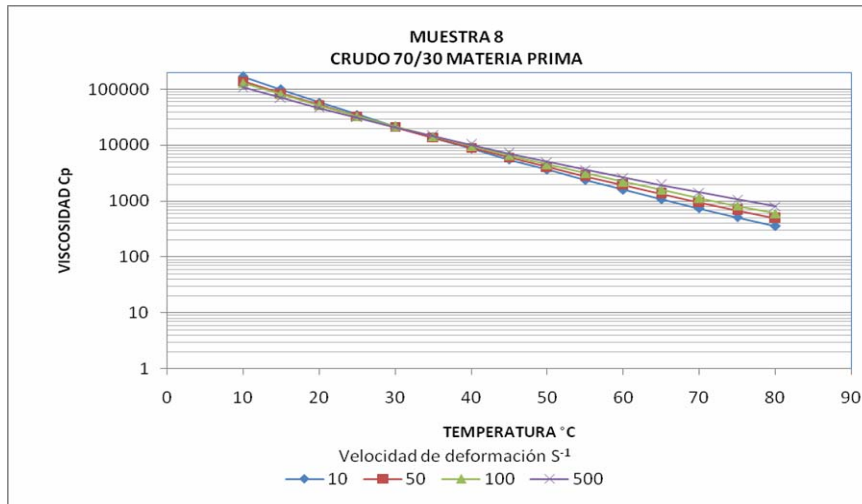
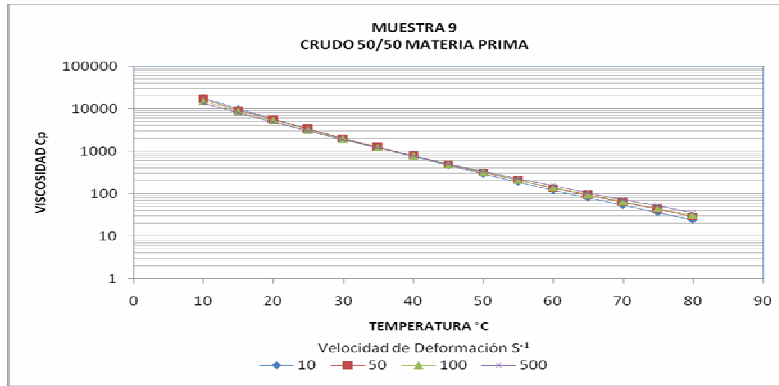


Figura 23. Viscosidad muestra 8

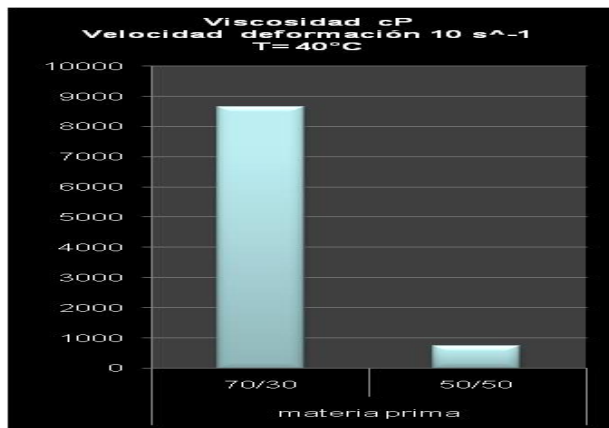


Figura 24. Comparación de la viscosidad de las materias primas

En las figuras 22, 23 y 24 se observan las altas viscosidades que poseen las mezclas combustibles base, las viscosidades en las mezclas base donde el crudo se formula con la relación 70/30 de Crudo Extra pesado/Crudo Liviano presentan viscosidades son mas altas que las mezclas formuladas con el crudo con relación 50/50, esto se hace evidente por las mayores cantidades de productos pesados presentes en el crudo extra pesado que se encuentran en el crudo base 70/30. Se observa también que estas dos muestras tienen un primer comportamiento pseudoplastico antes de los 30°C caracterizado por la disminución de la viscosidad con la velocidad de deformación y un segundo comportamiento dilatante en donde la viscosidad aumenta con la velocidad de deformación, lo que se explica por la presencia de carbón en estas mezclas el cual tiende a formar grumos que desarrollan alta fricción entre si.

4.3. EFECTO DE LAS CARGAS EN FORMA DE EMULSIÓN

Para analizar el efecto de alimentar de forma emulsionada o no la materia prima se tomaron las muestras siete, uno y tres que se presentan en las figuras 25, 26 y 27 respectivamente.

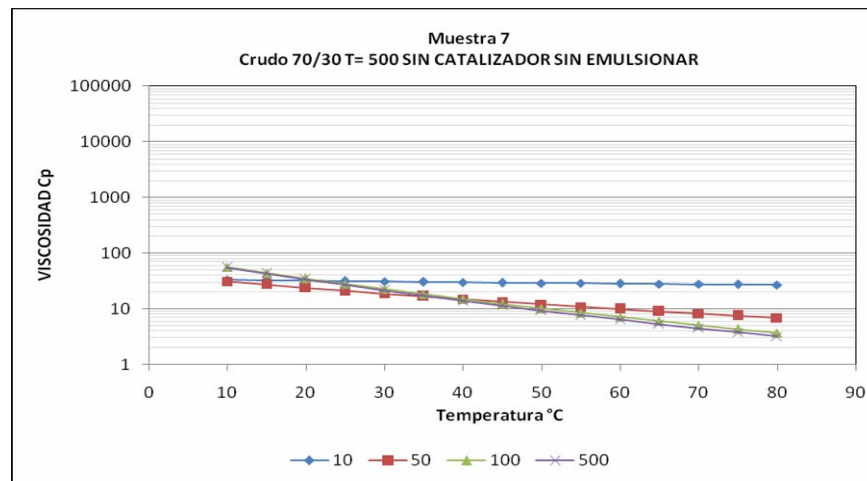


Figura 25. Viscosidad muestra 7

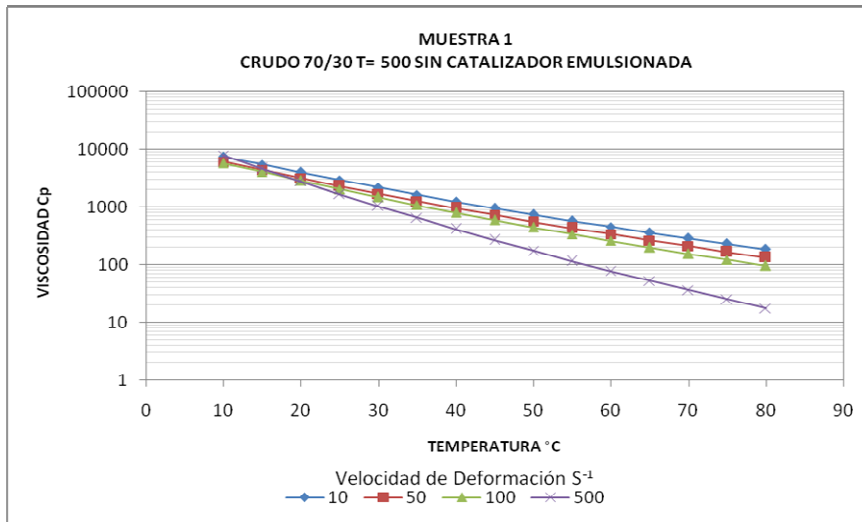


Figura 26. Viscosidad muestra 1

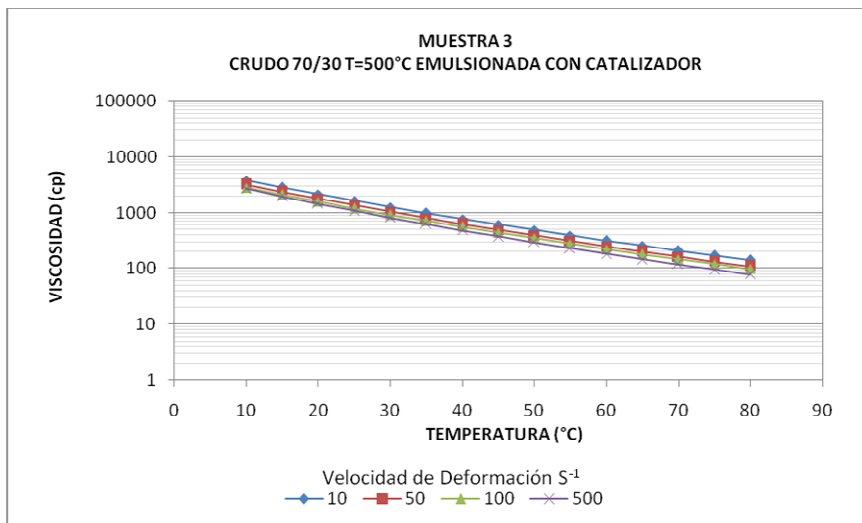


Figura 27. Viscosidad muestra 3

En el sistema sin emulsionar de la figura 25 se observan curvas de baja pendiente con tendencia a comportamiento dilatante, evidenciándose poco grado de conversión, lo que se traduce en bajo grado de rompimiento y linealización de cadenas carbonadas. Esto se explica por que en estos sistemas el hidrocarburo reaccionante se comporta como una masa sólida de que impide el fácil ataque térmico y químico de la estructura y por lo tanto, el efecto que tiene el calor proporcionado a la masa reaccionante es solo de destilación del hidrocarburo.

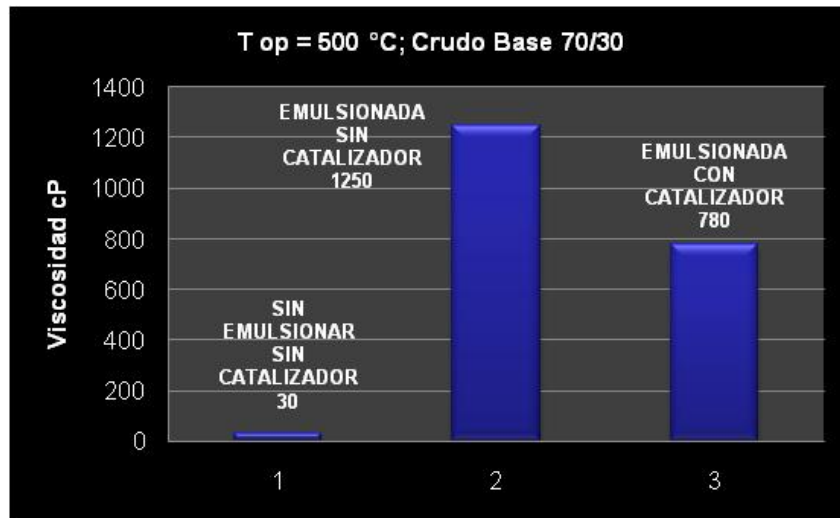


Figura 28. Comparación del efecto de la emulsión

Se puede observar también en la figura 28 las bajas viscosidades de los sistemas sin emulsionar con respecto a los sistemas en donde se aplicó la, lo que demuestra también que el efecto del vapor sobre la masa sometida a reacción es principalmente de arrastre de livianos, lo que se refuerza por que existe un aumento del porcentaje de fondos del proceso como se puede ver en la tabla 22.

4.4. EFECTO DEL CATALIZADOR

Par analizar el efecto de la presencia del catalizador a una misma temperatura de reacción (500°C) se compararon los ensayos con y sin catalizador.

Se puede observar a partir de las figuras 26, 27, 29 y 30, que las viscosidades cuando se aplica el catalizador sobre la mezcla combustibles emulsionada que se somete a reacción son de un orden menor que cuando hay carencia de catalizador. Lo que demuestra que la presencia del catalizador promueve la conversión de productos extra pesados hacia productos livianos e intermedios como se puede ver fácilmente en las figuras 27 y 30, así como en la figura 31.

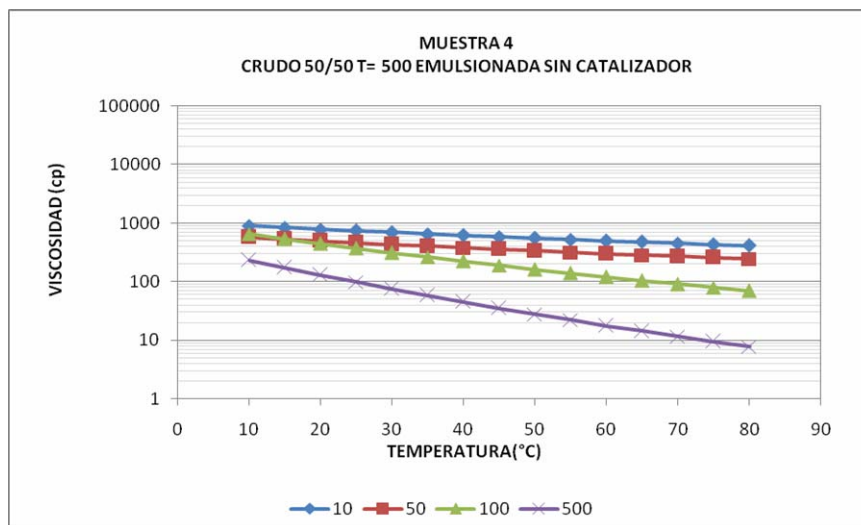


Figura 29. Viscosidad muestra 4

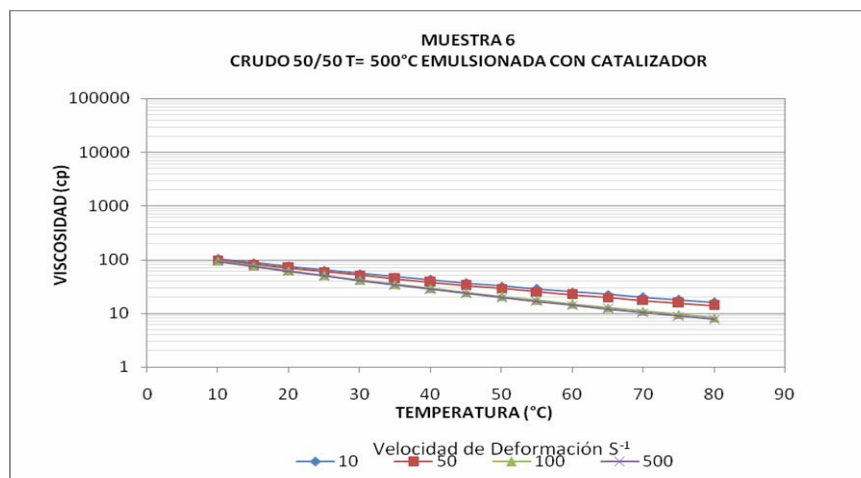


Figura 30. Viscosidad muestra 6

No obstante para los ensayos de las figuras 26 y 27 que corresponden a la reacción de emulsiones con mezcla de crudo base 70/30 los cambios en la viscosidad son menores, el balance de masa de la tabla 22 demuestra que, la conversión de productos livianos en productos livianos e intermedios en las mezclas que usan como base 70/30 es mayor pues los fondos que se obtiene del proceso cuando se aplica el catalizador son menores que cuando no se aplica. Este hecho demuestra que las emulsiones con cargas de base 70/30 tiene una mayor tendencia a la transformación de sus hidrocarburos aromáticos pesados hacia cadenas carbonadas intermedias (150-300 °C) de mayor linealidad.

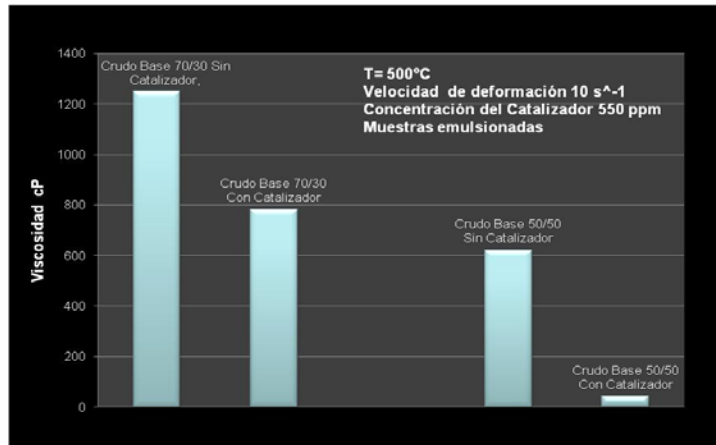


Figura 31. Efecto del catalizador.

Los productos del proceso cuando se ha adicionado catalizador describen comportamientos pseudoplastico más uniforme que cuando no hay presencia de catalizador, esto sugiere que los primeros por ser mas estables y uniformes han sido producto de procesos de transformación catalítica y no de simple fraccionamiento por efecto del calor suministrado.

4.5. EFECTO DE LA TEMPERATURA DE REACCIÓN Y PROPORCIÓN DE CRUDOS

Analizar el efecto de la temperatura sobre la reacción requiere inicialmente la revisión del balance de masa de la tabla 22. En este se muestra como el efecto de la temperatura esta ligado a la calidad del crudo base con que se formula la emulsión sometida al proceso, por lo tanto a medida que se aumenta la temperatura los fondos de proceso cuando se alimentó crudo base 70/30 disminuyeron, caso contrario ocurrió cuando el crudo base era 50/50.

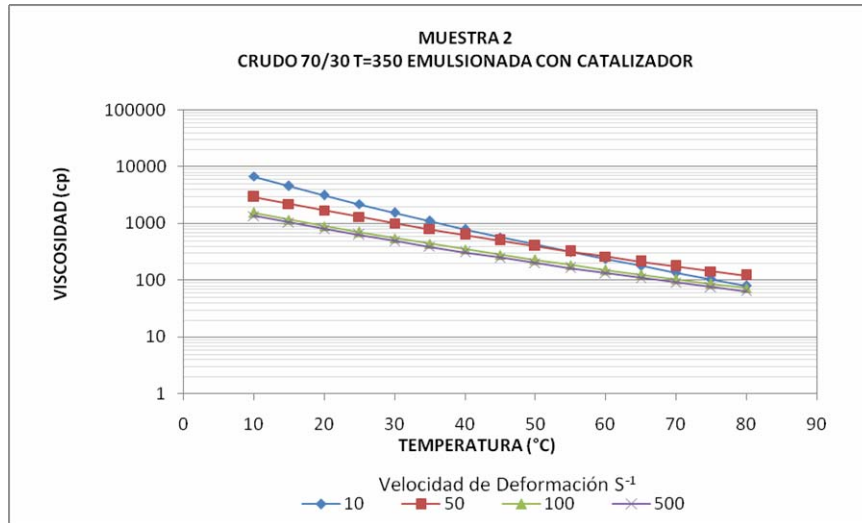


Figura 32. Viscosidad muestra 2

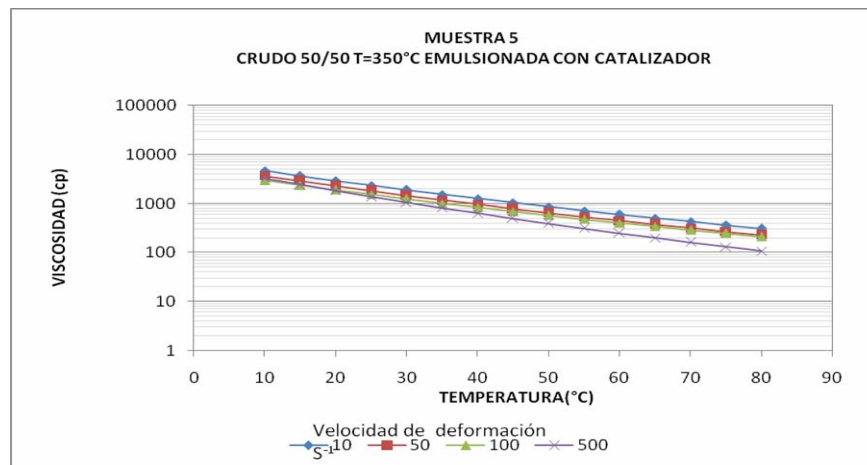


Figura 33. Muestra 5

En lo que se refiere a las viscosidades de las figuras 27, 30, 32, 33 y 34 se puede ver como a temperaturas mayores de operación las viscosidades de los productos son mas bajas y mas uniformes con respecto a la variación de la velocidad de deformación y sin describir comportamientos dilatantes que indiquen la presencia que apelmazamientos que se traducen en poca conversión, pues los productos livianos se estarían desprendiendo mas por efectos de la destilación que por el rompimiento de cadenas carbonadas complejas.



Figura 34. Efectos de la temperatura y la proporción de crudo liviano a pesado.

5. CONCLUSIONES

- El tratamiento de mezclas triples CCTA con Vapor sobrecalentado por encima de 350°C a bajas presiones, es una buena alternativa para mejoramiento de crudos extra pesados y carbón debido a que los productos obtenidos presentan disminución en la cantidad de fondos y disminución de la viscosidad.
- El análisis reológico o viscosimétrico de los resultados de las corrientes livianas y pesadas indican que es una excelente herramienta para hallar comportamientos de los procesos.
- El efecto de emulsionar las muestras es positivo, ya que se evidencia mayor conversión en la medida que disminuye la viscosidad de los productos livianos, contrario a lo ocurrido en los procesos sin emulsionar. Esto refleja los beneficios de las grandes áreas interfaciales que poseen las mezclas CCTA, lo que permite hidrogenar mas fácilmente a los hidrocarburos en forma emulsionada y los carbonos en forma dispersa de estas mezclas, que a una masa reaccionante de alta viscosidad, aglutinada y de difícil acceso.
- El acetato de níquel utilizado como catalizador promueve la conversión de carbón y productos extra pesados hacia productos livianos e intermedios. Esto se demuestra al disminuir la viscosidad de los productos en donde se utilizó catalizador en comparación de los productos en donde se carecía de este.
- En los ensayos efectuados a alta temperatura sin y con catalizador se logró, en este último caso, menores viscosidades debido a un mayor contenido de livianos provenientes tanto del crudo como del carbón, específicamente mas de este, puesto que se inician los procesos de separación de la materia volátil.
- Teniendo como variable de respuesta la viscosidad, se obtuvo que el aumento de la temperatura y de la proporción de crudo extra pesado utilizado en las mezclas presenta un efecto positivo sobre la conversión, representado en una disminución de la viscosidad de los productos.

6. RECOMENDACIONES

El presente buscaba dar el primer paso para el desarrollo de un proceso en la Universidad Industrial de Santander para el aprovechamiento de un recurso abundante en la región, como es el carbón, asociado a los crudos extra pesados que por sus características que dificultan el transporte es procesado con mucha dificultad. Motivo por el cual la experimentación realizada no es extensa ni busca dar la última palabra en el tema y se dirigió hacia la validación también hacia la puesta en marcha de los equipos que se implementaron en el laboratorio de procesos de la escuela de Ingeniería Química, por lo tanto los autores recomiendan:

- Realizar un completo estudio cinético y termodinámico de las reacciones que en el proceso planteado como **Coprocesamiento de Carbón y Crudo Pesado Asociado a Mezclas Triples CCTA** ocurren. Lo que se lograría dando continuidad a este trabajo y ampliando el espectro de resultados experimentando con variaciones en factores como tiempos de reacción, presión de operación temperaturas de operación, catalizador, etc.
- Realizar trabajos para el tratamiento de las aguas condensadas con residuos mínimos de hidrocarburo.
- Complementar los estudios de reología con técnicas instrumentales como la cromatografía para establecer con exactitud la producción de fracciones livianas en el proceso, caracterización de las mismas y correlaciones con la viscosidad de dichas corrientes.
- Hacer un barrido de la sensibilidad del proceso al contenido y tipo de carbón.
- Estudiar la posibilidad de extender estos procesos a reactores de lecho fluidizado.
- Realizar el proceso anterior aumentando su longitud para simular procesos continuos.

BIBLIOGRAFÍA

1. AD HOC PANEL ON LIQUEFACTION OF COAL. Assessment of Technology for the Liquefaction Coal. Washington D.C. U.S. Department of Commerce 1980.
2. SAGE Peter. Coal Liquefacción – A Technology Status Review. Department of Trade and Industry 1999.
3. PEREIRA, Pedro; et al. Steam Conversion Process and Catalyst. United States Patent No. 5885441. 1999.
4. PEREIRA, Pedro. “La Investigación y Desarrollo en Mejoramiento de Crudos Extrapesados en PVDSA-INTEVEP: Aquaconversion”. Acta Científica Venezolana. Vol 50 N°1.
5. GROSSO Jorge Luís; et al. On Line and/or Batch Process for Production of Fuel Mixtures Consisting of Coal/Heavy Crude Oil, Surfactante and Water (CCTA), and the Obtained. United States Patent No. 5902359. 1999.
6. LINDSEY Ben. Thermogravimetric Analysis of Biomass and Lignites for Co-Combustion. University of Bath. 2004.
7. McCABE, W; SMITH, J. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química, 4 ed. McGraw-Hill. 1996.
8. KERN, D. Q. Procesos de Transferencia de Calor, 31 ed. Cecsca. 1999.
9. VAN WYLEN, Gordon. *Fundamentos de Termodinámica*. 2ª Edición. Mexico: Limusa S.A. 2000.
10. CREUS, Antonio. Instrumentación industrial. Alfaomega: 1998. Sexta ed. Pag 109-115
11. PERRY, Robert. Perry Manual del Ingeniero Químico. Sexta Edición. USA: McGraw-Hill. 1992.
11. HOWELL; et al. Hydrovisbreaking of Oils. United States Patent No. 4708784. 1987.

12. DITMAN, J. Process of Preparing a Donor Solvent For CoalLiquefaction. United States Patent No. 4663028. 1987.
13. MASAZUMI, G. Coal Liquefaction Mechanism Using a Tritium Tracer Method. Environmental and Energy Engineering. 1997.
14. ZHONG, L. G. Liaohe Extra-Heavy Crude Oil Underground Aquatermolytic Treatments Using Catalyst and Hydrogen Donors Under Injection Conditions. Society of Petroleum Engineers. 2003.

Anexo A

GROSSO Jorge Luís; et al. On Line and/or Batch Process for Production of Fuel Mixtures Consisting of Coal/Heavy Crude Oil, Surfactante and Water (CCTA), and the Obtained. United States Patent No. 5902359. 1999.



US005902359A

United States Patent [19]

[11] Patent Number: **5,902,359**

Grosso et al.

[45] Date of Patent: **May 11, 1999**

[54] **ON-LINE AND/OR BATCH PROCESS FOR PRODUCTION OF FUEL MIXTURES CONSISTING OF COAL/ASPHALTENES, FUEL OIL/HEAVY CRUDE OIL, SURFACTANT AND WATER (CCTA), AND THE OBTAINED PRODUCTS**

3,941,552	3/1976	Cottell	431/2
4,074,978	2/1978	Panzer	44/281
4,326,855	4/1982	Cottell	44/281
4,401,437	8/1983	Poetschke	44/281
4,403,997	9/1983	Poetschke	44/281
4,479,805	10/1984	Batra	44/282
4,628,204	12/1986	Maes	250/343
4,826,089	5/1989	Psaltopoulos	241/45
4,842,616	6/1989	Verhille	44/281
4,908,154	3/1990	Cook et al.	252/314
5,096,461	3/1992	Frankiewicz et al.	44/281
5,216,048	6/1993	Agarwal et al.	524/60
5,256,297	10/1993	Feimer et al.	210/651
5,283,001	2/1994	Gregoli et al.	44/301

[75] Inventors: **Jorge Luis Vargas Grosso**, Bucaramanga; **Oscar J. Medina Suarez**, Santa Fe de Bogota; **Gonzalo Diaz Leal**, Bucaramanga; **Rigoberto Barrero**, Floridablanca; **Lilia Rodriguez**, Bucaramanga, all of Colombia

FOREIGN PATENT DOCUMENTS

[73] Assignee: **Empresa Colombiana de Petroleos—Ecopetrol**, Santa Fe de Bogota, Colombia

94015174	4/1997	Colombia
2165858	4/1986	United Kingdom

Primary Examiner—Margaret Medley
Attorney, Agent, or Firm—Beveridge, DeGrandi, Weilacher & Young, L.L.P.

[21] Appl. No.: **08/842,654**

[22] Filed: **Apr. 15, 1997**

[51] Int. Cl.⁶ **C10L 1/32**

[52] U.S. Cl. **44/281; 44/282**

[58] Field of Search **44/281, 282**

[57] ABSTRACT

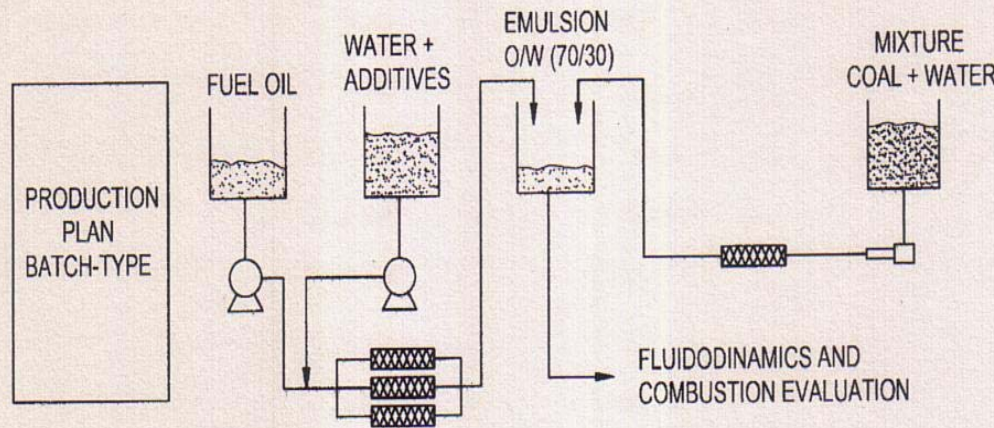
An on-line and/or batch process to obtain a liquid mixture consisting of coal/asphaltenes-fuel oil/heavy crude oil-surfactant-water, through dispersion of a coal-water mixture, using a mechanical element defined as a static mixer or a tank with shaking.

[56] References Cited

U.S. PATENT DOCUMENTS

3,093,573	6/1963	Corbett	208/39
-----------	--------	---------	--------

14 Claims, 3 Drawing Sheets



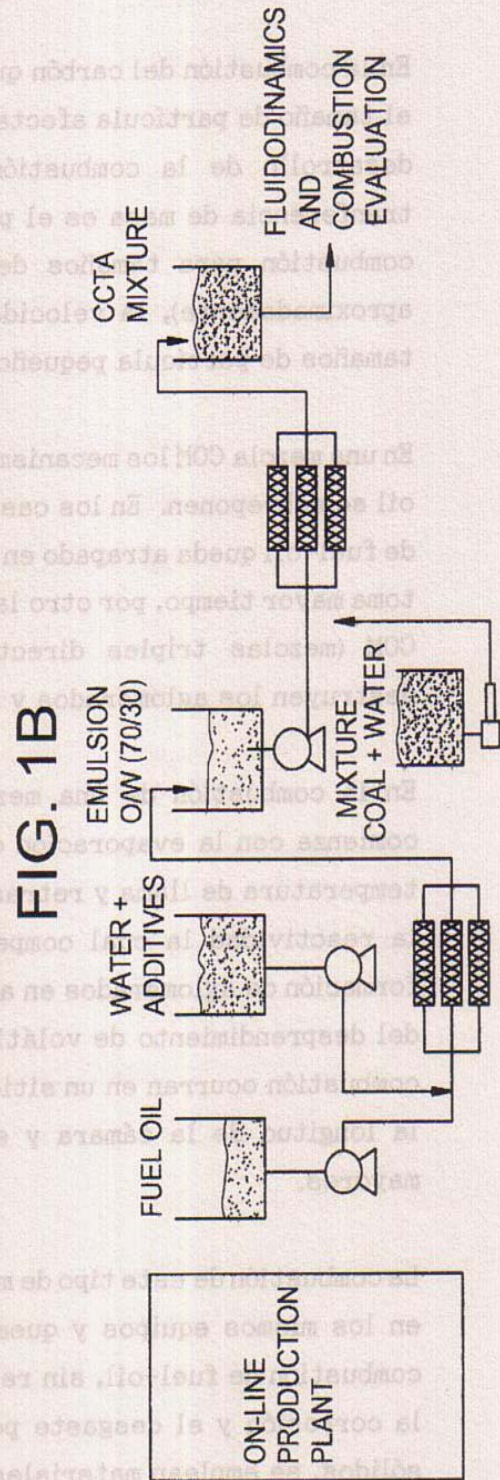
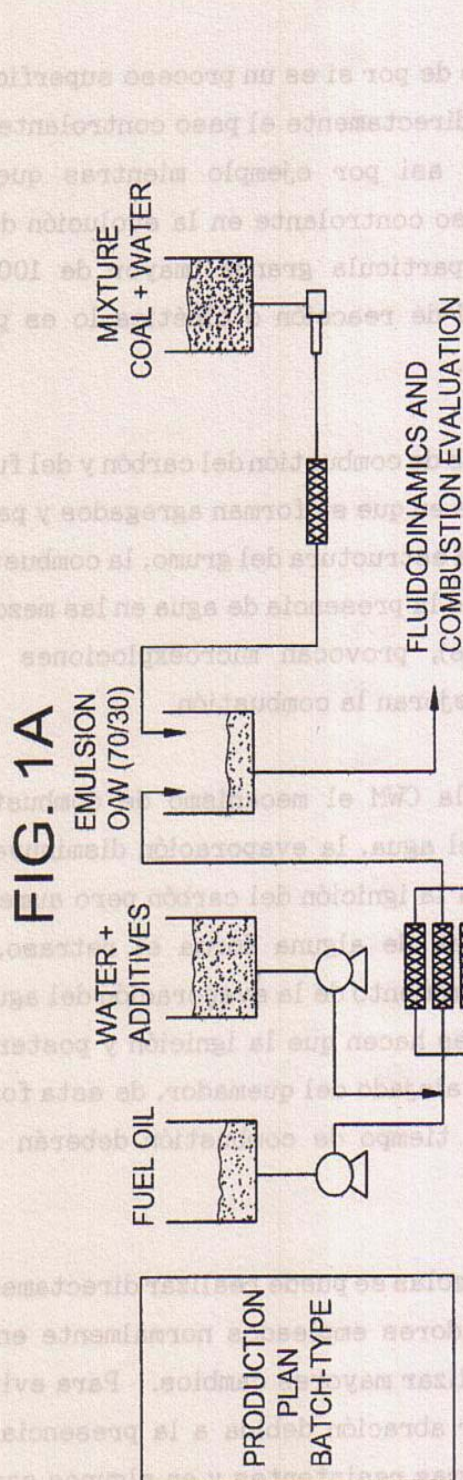


FIG. 2

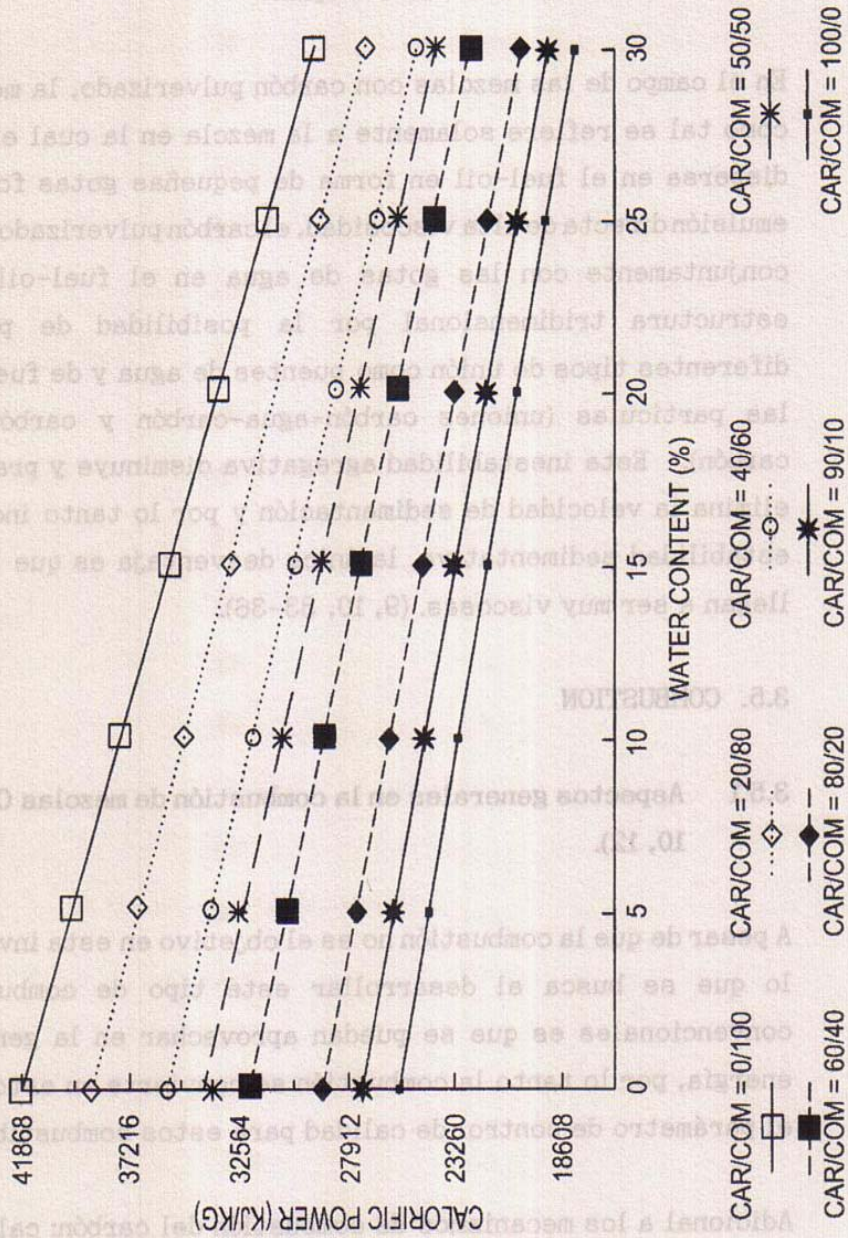
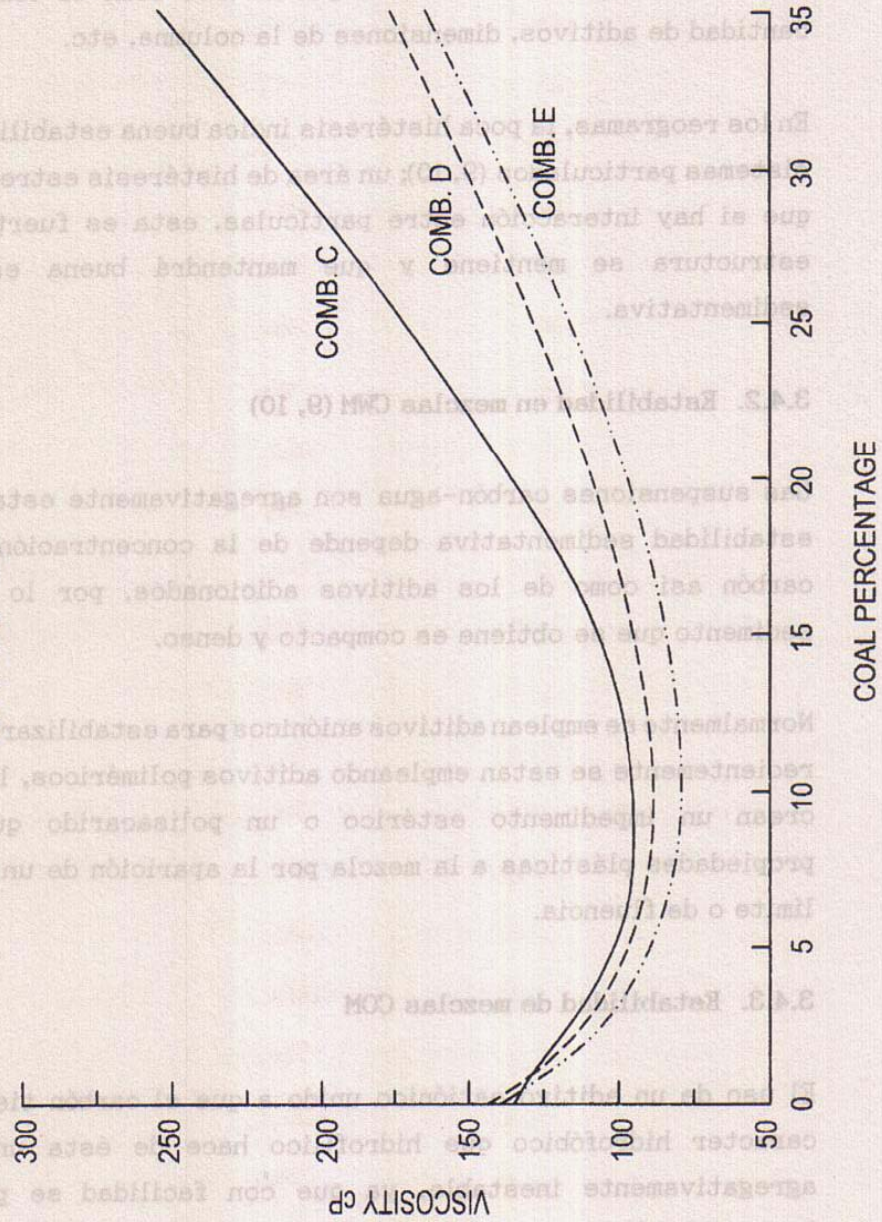


FIG. 3



1

**ON-LINE AND/OR BATCH PROCESS FOR
PRODUCTION OF FUEL MIXTURES
CONSISTING OF COAL/ASPHALTENES,
FUEL OIL/HEAVY CRUDE OIL,
SURFACTANT AND WATER (CCTA), AND
THE OBTAINED PRODUCTS**

BACKGROUND OF THE INVENTION

The obtention of a liquid mixture comprising coal/asphaltenes-fuel oil/heavy crude oil-surfactant-water, is attained through an on-line and/or batch process aided by a static mixer or a tank with shaking devices. This liquid mixture is prepared from an emulsion of fuel oil/water or heavy crude oil/water type O/W, using an anionic surfactant and a polymeric stabilizer. Furthermore, a coal/water mixture is prepared by using the same anionic surfactant. Both fluids are mixed either by adding the coal/water mixture through a progressive-cavities pump or a centrifugal pump provided with open impeller, either to the emulsion, in a tank system with shaking devices or into a pipeline within a continuous system provided with static mixers.

The coal/asphaltenes-fuel oil/heavy crude oil-surfactant-water mixture obtained by both processes has a pseudoplastic rheological behaviour for coal concentrations from 5% to 35%, its viscosity is lower than that of the samples used for its preparation, is stable for several weeks, has a calorific power from 11000 to 13000 BTU/lb, being higher than that of the coal/water mixtures and is suitable for pipeline transportation. The rheological behaviour of these liquid mixtures is originated in the bi-modal character of the particle-size distribution of their components. The finest particles, in this case emulsified fuel oil particles, perform the lubrication function, being placed within the interstitial spaces between the particles with bigger diameters, that is, the coal particles.

U.S. Pat. No. 3,941,552, 1976 and U.S. Pat. No. 4,326, 855, 1982, to Eric C. Cotell, and others, concern to combustion, profitability and stability, the formation of a triple mixture with coal-fuel oil-water with additives of certain composition (50%-40%-10%) obtained through high-energy ultrasonic shaking, 38-54 watts/cm² and 15000 to 20000 Hz, which, in the shaking moment, fractionates the coal particles up to gel-sizes; these small sizes and use of too heavy fuel oils, grant the triple mixture an excellent stability but admitting a high viscosity

In this case, the coal particles attain formation of two types of bonds or links: coal to coal bonds through water bridges and coal to coal bonds through fuel oil and additives links, giving as overall result a net structure, very stable but simultaneously too viscous, as clearly exposed in U.S. Pat. Nos. 4,403,997, 1983, and 4,401,437, 1983, to Leonard E. Poetshke, where coal concentration is increased up to 70% and proportions of fuel oil and water are reduced to 10% and 20%, respectively, using the same ultrasound technique used for preparing the mixture.

In UK Patent No. 2 165 858 to Gererd Antonini, 1986, released or exhausting water, present in the triple mixture as emulsified particles within a continuous phase of fuel oil (direct emulsion) is used to facilitate its transportation. When this direct emulsion is treated by cutting forces, water is released and migrates and stays in the mixture-pipe interface and generates a lubricating film between those two elements; this film means a lower energy requirement for transportation, as if the mixture had a lower viscosity.

The Antonini's mixture is composed by 15% water, 40% fuel oil and 45% coal, with a particle size allowing 80%

2

passing through a 200 mesh (74 microns); however, the mixture exhibits high viscosity and causes certain troubles when passing through burners.

U.S. Pat. No. 4,842,616, 1989, to Marcel Verhille, describes use of inverse emulsions, with low viscosity mixtures, because of their high water proportion, among 45% to 50%, showing these mixtures a non-defined particulate system for disperse phases as base for viscosity and stability, as offered by the new technology. On the other hand, a mixture with 50% water, does not have a high calorific power, as shown by triple mixtures as described in the herein shown technology, which makes them suitable to be used as fuels exhibiting excellent characteristics.

For gaining stability, the prior art employs three different additives: a polymeric emulsifier based on polyoxyethylene HLB 17, very expensive, besides a colloid, xanthate gums and an electrolyte, all under vigorous shaking. On the contrary, the technology described in the present patent application, only uses low-cost additives, locally manufactured with ECOPETROL-ICP technology, with no gums nor electrolytes, and does not require an extreme shaking rate, usually the range from 100 to 300 rpm being enough. For the new technology, the particle size, for both the coal and the emulsion reaches great importance.

SUMMARY OF THE INVENTION

The present invention refers to obtention of a non-conventional fuel, in an on-line and/or batch process, starting from powdered coal, water, fuel oil/crude oil and a surfactant. The process is based on the formation of fuel oil/water or crude oil/water emulsion, of type O/W 70/30 with anionic surfactant concentration from 1000 to 3000 ppm, preferably from 1500 to 2500 ppm, and stabilizer concentration from 100 to 300 ppm, preferably from 150 to 250 ppm, featuring excellent stability and a viscosity range from 80 to 100 cP, and an average particle size from 4 to 7 microns. Separately, another mixture is prepared, comprising coal/water 70/30, using the same anionic surfactant up to a concentration range from 0.4% to 1.8%, preferably from 0.6 ppm to 1.5 ppm, with powdered coal with an average particle size about 6 times the particle size within the emulsion, that is, 40 microns. The two mixtures are stored in separate tanks provided with shaking systems.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

The present invention will be further understood with reference to the accompanying drawings, wherein:

FIGS. 1A and 1B is a flow diagram relating to the formation of the mixture CCTA;

FIG. 2 is a plot of variation in calorific power in CCTA mixture for stability methodology; and

FIG. 3 is a plot of the variation of the viscosity versus cold percentage.

DESCRIPTION OF THE PREFERRED EMBODIMENTS

Batch Process

The two fluids prepared by the above described methods are mixed by adding the coal/water mixture, by means of a progressive-cavities pump or an open-impeller centrifugal pump, to the emulsion in a tank system with shaking device, at low revolutions (from 100 to 300 rpm, preferably from 150 to 250 rpm), based on two double-effect shakers, radial and axial, mounted on the same axis.

3

On-Line Process

The above prepared and stored emulsion is pumped, under flow control, through a pipeline into which the mixture coal/water is injected, using either a progressive-cavities pump or an open-impeller centrifugal pump; the mixture flow must be controlled according to the coal proportion to be achieved in the final triple mixture. The fluids pre-mixture is passed throughout a set of static mixers, specially designed, giving as result at the end of the process the combustible mixture of coal-fuel oil-surfactant-water.

The mixture of coal-fuel oil-surfactant-water herein described, employs an inverse emulsion, where water is the continuous phase and fuel oil/cude oil, in small microscopic drops, is the disperse phase; the viscosity of the emulsion, used as base for the triple mixture, is low and close to the viscosity of the continuous phase, that is, that of the water; once the coal enters the system, a bi-modal mixture is formed, having a particle size corresponding to an even lower viscosity; this means easier transportation and no-troubles when passing through burners. By preparing emulsion inversely, allows to use any fuel oil, even the heaviest or extraheavy, since once the fuel oil is emulsified, the viscosity becomes low.

The obtained mixture by both processes exhibits a rheologic thixotropic behaviour for coal concentration between 5% and 35%, its viscosity is lower than those for the mixtures used in its preparation, due to a bi-modal effect arising from the particle size distribution (coal-emulsion), which is observed only in bi-modal mixtures of solids. The stability of this mixture was measured by using a new technology based on the calorific power and the percentage of water in the precipitated phase, regarding that coal-fuel oil-surfactant-water liquid mixtures obtained in the described way, remain stable for several weeks and the few precipitates are easily redispersible by moderate shaking or fluid recirculation; the calorific power oscillates between 11000 and 13000 BTU/lb, being higher than those for the coal-water mixtures. The typical composition of the mixture is 30% water, from 5% to 65% fuel oil and from 5% to 35% coal.

The liquid coal-fuel oil-surfactant-water mixture, is low-cost, has good ignition power, relatively high calorific power and, as a complement, exhibits a very low viscosity value, which makes it suitable for pipeline transportation.

The present invention will be better explained by means of the following examples, which will not be considered as limitative of its scope:

EXAMPLE 1

Two pre-mixtures are separately prepared, according to the procedure shown in FIG. 1:

An emulsion O/W 70/30 fuel oil-water, from fuel oils having viscosities from 800 to 12000 cP, with anionic surfactant within a concentration range from 1500 to 3000 ppm and polymeric stabilizer from 100 to 150 ppm.

A coal-water mixture 70/30, having viscosity about 4000 cP using the same anionic surfactant up to complete concentration from 11000 to 18000 ppm, depending on the coal concentration in the final mixture.

Once prepared, the coal-water mixture is added on the emulsion giving place to a triple mixture coal-fuel oil-surfactant-water, comprising about 30% water, from 5% to 35% coal and the balance in fuel oil; its viscosity is very low, from 75 cP to 180 cP, depending on the coal concentration, it is very stable and its precipitate is easily redispersible.

4

The advantage of this procedure, as described in the present invention, relies on the fact that it allows to obtain liquid mixtures with very low viscosity, suitable to be transported through pipelines. If, on the contrary, the process suffers any variation like, for example, addition of fuel oil with viscosities ranging between 800 cP and 12000 cP, to a coal-water mixture, with ethoxylated polymeric, either non-ionic or anionic surfactants, a coal-fuel oil-water-surfactant mixture is finally obtained having good stability but a very high viscosity range, from about 50000 cP to about 60000 cP.

EXAMPLE 2

The batch procedure shown in FIG. 1 to prepare coal/asphaltenes-fuel oil/heavy crude oil-surfactant-water liquid mixtures is followed. A water/coal mixture, similar to that mentioned in example 1, is added to the inverse emulsion similar to that of example 1, using for its preparation a dynamic mixer formed by two impellers whose design provides axial and radial flows, being mounted on the same axis and separated a certain distance equivalent to about one to about three times the diameter of the impeller. The appropriate shaking rates range between 150 and 300 rpm.

With this system as described in the present invention it is possible to prepare liquid mixtures with coal concentrations higher than 30%, with excellent stability against sedimentation and low viscosities. This system is the best alternative for preparing liquid mixtures, since if only one of the impellers is used to generate axial as well as radial flow, higher shaking rates are required (500 rpm) and the obtained mixtures admit only coal concentrations ranging from 5% to 20%. On the other hand, if a propeller-type impeller is used, a more vigorous shaking system is required (more than 800 rpm) and the maximum reachable coal concentration will range from 10% to 17.5%, with poor stability and low viscosities. From the energetic point of view, the shaking system of the present invention requires only 2% of the necessary energy required for a mixer provided with a propeller-type impelling system.

EXAMPLE 3

Once either the heavy-crude or fuel oil inverse emulsion O/W (70/30) and the coal-water mixture are prepared and stored, as explained in example 1, the emulsion is circulated, under flow control, using either a positive displacement pump or a centrifugal pump, by injecting, under flow control, the coal-water mixture by employing either a progressive-cavities pump or an open-impeller centrifugal pump. The pre-mixture, formed by injecting one fluid into the other, is passed throughout a set of static mixers, which provide the required cutting effort to form, at the end of the process, a liquid mixture comprising 30% water, from 35% to 65% fuel oil or heavy crude and from 5% to 35% coal, depending on the flows ratio between the emulsion mixture and the coal-water mixture. With this system as described in the present invention, the energy consumption in shaking is decreased down to the range from 14% to 60% of the energy required for the system as described in example 2.

The coal-fuel oil-surfactant-water mixture as obtained in this process has certain characteristics similar to those given in example 1.

EXAMPLE 4

An emulsion O/W fuel oil-water 70/30 is prepared (including 1500 ppm to 3000 ppm of anionic surfactant and 100 ppm to 150 ppm of stabilizer, viscosity ranging from

5

135 cP to 140 cP), having a particle size distribution between 6 and 7 microns. Separately, a coal-water 70/30 mixture is prepared (adding enough additive to get from 11000 ppm to 18000 ppm in the final coal-fuel oil-surfactant-water mixture), having 4000 cP in viscosity and an average particle size ranging from 40 to 45 microns, that is, about 6 times the particle size of the emulsion. Following either the batch or the on-line procedures described in the present invention, different proportions of coal-water mixture are added to the fuel oil-water emulsion, obtaining various coal-fuel oil-surfactant-water liquid mixtures, comprising from 5% to 35% coal, about 30% water and the balance in fuel oil, exhibiting viscosity values from 75 cP to 180 cP, with a minimum level of viscosity for coal contents from 10% to 15% (see FIG. 3), with pseudoplastic characteristics and calorific power from 11400 to 12500 BTU/lb. Due to the mentioned characteristics, this liquid mixture is suitable to be pumped through a pipeline.

EXAMPLE 5

An O/W fuel oil/heavy crude-water 70/30 emulsion is prepared and set to a temperature range from 40° to 50° C., including 3000 ppm of surfactant and 150 pp of stabilizer, using either fuel oil or crudes with high viscosity, from 5000 cP to 12000 cP. The resulting emulsion exhibits viscosity from 175 cP to 190 cP and particle size from 5 to 7 microns. A 70/30 coal-water, with particle size ranging from 40 mm to 45 mm, that is, 6 times the particle size of the emulsion (including the necessary amount of additive to give the final coal-fuel oil-surfactant-water a surfactant content from 11000 to 18000 ppm, viscosity 4000 cP), is added to the previous emulsion. Using any of the methods described in the present invention, a low viscosity coal-fuel oil-surfactant-water mixture is obtained, with pseudoplastic features and, as mixtures prepared from lighter fuel oils, these mixtures show a minimum viscosity between 10% and 15%.

EXAMPLE 6

The new technology used to measure stability of combustible systems with solids in suspension, as described in this example, requires measuring the calorific power of combustible components (in this case, coal and fuel oil/heavy crude). These data, graphically shown as Calorific Power vs. Water %, according to a numerical program, allow to find mixture composition for the coal-fuel oil-surfactant-water mixture (see FIG. 2).

By determining the calorific power for any of the phases formed within the coal-water or coal-fuel oil mixtures, together with measurement of water percentage in any of the phases or at any point along the sedimentation column, it is possible to precisely evaluate the variation of composition in the mixture, in relation to time, obtaining results with maximum errors of 2%, using samples from 1 to 5 grams and spending a short determination time.

EXAMPLE 7

The coal-fuel oil-surfactant-water mixture prepared by the procedure described in examples 1 or 3, by being pumped at fixed flows and constant temperature throughout either a progressive cavities pump or an open-impeller centrifugal pump, throughout a pipeline circuit, ½" and 1" internal diameter, provided with pressure and temperature readings transmitters, experiments minor or slightly major pressure decreases, compared to those of the original emulsion, depending on the coal concentration, having in

6

mind that, in all cases, a high volumetric flow of mixture can be transported under a laminar-flow regime.

EXAMPLE 8

The mixture prepared as in examples 1 or 3, can be easily burned with no pre-heating, as follows:

The mixture stored at room conditions, is extracted by a progressive cavities pump and, under flow control, is atomized in a combustion chamber, using air or steam as atomizing agent, in ratios between 0.05 and 0.2, and a burner provided with a nozzle as used in fuel oil combustion. The mixture ignition is satisfactory, the flame is stable and SO_x emissions are lower than produced by either the fuel oil emulsion or the crude oil emulsion used for its preparation.

We claim:

1. A process for the formation of a fluid fuel mixture of powdered coal or powdered asphaltenes, fuel oil, an anionic ethoxylated surfactant, a polymeric stabilizer and water, having easy handling properties, excellent stability, low viscosity, comprising the following steps:

(a) forming an aqueous slurry of wet or dry powdered coal or powdered asphaltenes and water, where said powdered coal or said powdered asphaltenes have an average particle size of from 40 to 45 microns, with a solids/water ratio of 70/30, and a concentration of anionic ethoxylated surfactant from 5,000 to 10,000 ppm, producing a mixture with viscosity values ranging from 3,000 to 5,000 cP,

(b) forming on-line a fuel oil or crude oil and water inverse emulsion O/W (70/30), with the oil droplets having an average particle size from 4 to 7 microns and final viscosity values from 80 to 140 cP, by adding either atomized or diffused fuel oil in a water-anionic ethoxylated surfactant continuous phase, using a static mixer, said anionic surfactant is in a concentration range of from 1,000 to 3,000 ppm and is the same as in step (a), and a polymeric stabilizer in a concentration of 100 to 300 ppm,

preparing a final product by adding and mixing the slurry in step (a) to the inverse emulsion of step (b), either in a tank at low revolutions of from 100 to 300 rpm, using mixers providing both axial and radial flow, or mixing on-line under flow control, by using either a progressive-cavities pump or open-impeller centrifugal pump, and static mixers.

2. The process as according to claim 1 wherein the concentration of the anionic surfactant in step (a) is 7,000 to 9,000 ppm.

3. The process according to claim 1 wherein the concentration of anionic surfactant in step (b) is 1500 to 2500 ppm.

4. The process according to claim 1 wherein the shakers are the propeller shaker providing shaking rates higher than 800 rpm.

5. The process according to claim 1 where the static mixer is a set of either three or four.

6. The process according to claim 1 where the crude oil is used.

7. The process according to claim 2 where the shakers are the propeller shakers providing shaking rates higher than 800 rpm.

8. The process according to claim 3 where the shakers are the propeller shakers providing shaking rates higher than 800 rpm.

9. The process according to claim 2 where the static mixer is a set of either three or four.

10. The process according to claim 3 where the static mixer is a set of either three or four.

7

11. The process according to claim 6 where the static mixer is a set of either three or four.

12. A combustible emulsified fuel mixture comprising coal or powdered asphaltene, fuel oil, an anionic ethoxylated surfactant, a polymeric stabilizer and water, suitable to be transported through pipelines which is dynamically and statically stable, prepared by the process of claim 1 and where its final viscosity is in the range of from about 80 cP to about 300 cP, its average particle diameter ranges from about 4 to about 40 microns, containing from about 0.5% to about 1.8% surfactant, about 30% water, from about 5% to

8

about 35% powdered coal or powdered asphaltenes, and the balance is constituted by fuel oil or crude oil, exhibiting calorific power from about 10,000 BTU/lb to about 13,000 BTU/lb, having pseudoplastic and thixotropic characteristics.

13. The fuel mixture according to claim 12 wherein powdered asphaltenes and crude oil are present.

14. The fuel mixture according to claim 12 which contains from about 0.6% to about 1.5% surfactant.

* * * * *

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE
CERTIFICATE OF CORRECTION

PATENT NO. : 5,902,359
DATED : May 11, 1999
INVENTOR(S) : GROSSO, et al.

It is certified that error appears in the above-identified patent and that said Letters Patent is hereby corrected as shown below:

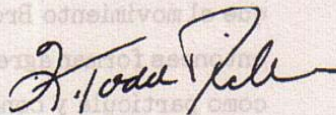
ON THE COVER PAGE OF THE PATENT:

- Under section [19] **Title**, change "Grosso et al." to --Vargas et al.--;
- Under section [75] **Inventors**, change "Jorge Luis Vargas Grosso" to --Jorge Luis Grosso Vargas--;
- Under section [75] **Inventors**, change "Oscar J. Medina Suarez" to --Oscar J. Suarez Medina--; and
- Under section [75] **Inventors**, change "Gonzalo Diaz Leal" to --Gonzalo Leal Diaz--.

Signed and Sealed this

Thirteenth Day of June, 2000

Attest:



Q. TODD DICKINSON

Attesting Officer

Director of Patents and Trademarks

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE
CERTIFICATE OF CORRECTION

PATENT NO. : 5,902,359
DATED : May 11, 1999
INVENTOR(S) : Jorge Luis Vargas Grosso et al.

It is certified that error appears in the above-identified patent and that said Letters Patent is hereby corrected as shown below:

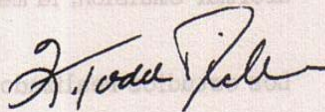
ON THE TITLE PAGE OF THE PATENT:

On the title page, in the listing of "[19] Title", under the heading "United States Patent", please change "Vargas et al. al." to "--Grosso et al.--".

Signed and Sealed this

Twenty-fourth Day of October, 2000

Attest:



Q. TODD DICKINSON

Attesting Officer

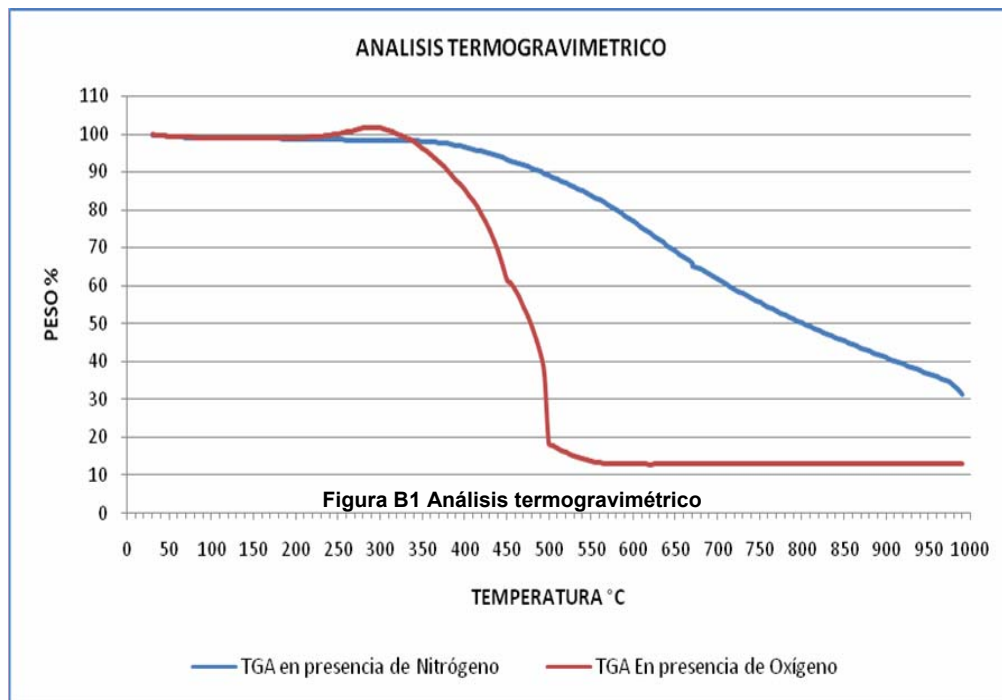
Director of Patents and Trademarks

Anexo B Análisis próximo del carbón

Ref	Temperatura (°C)	En presencia de Oxígeno	En presencia de Nitrógeno
TG ₁	110	Humedad Perdida	Humedad Perdida
TG ₂	527	Principalmente Ceniza Remanente	Material Volátil Perdido
TG ₃	827	Solo Ceniza Remanente	Ceniza y Carbono Fijo Remanente

Tabla B1. Referencias para el análisis próximo

De acuerdo a la tabla B1 se distinguen tres zonas de referencia en las cuales, dependiendo del gas utilizado en el Análisis Termo gravimétrico, ocurren fenómenos diferentes en el carbón que esta siendo objeto de análisis como se evidencia en la grafica que se muestra a continuación.



Para la realización del análisis próximo se plantean las siguientes expresiones en concordancia con la tabla B1.

$$\text{Humedad} = \text{TG}_1 (\text{N}_2)$$

$$\text{Material Volátil} = \text{TG}_2 (\text{N}_2) - \text{TG}_1 (\text{N}_2)$$

$$\text{Carbono Fijo} = (\text{TG}_3 (\text{N}_2) - \text{TG}_3 (\text{O}_2)) - \text{TG}_1 (\text{N}_2)$$

$$\text{Cenizas} = 100 - \text{TG}_3 (\text{O}_2)$$

Los resultados del análisis próximo del carbón se presentan en la tabla B2.

CARACTERISTICA	VALOR %
HUMEDAD	1,18
MATERIAL VOLATIL	12,3
CARBONO FIJO	33,52
CENIZAS	12,97

Tabla B2 análisis próximo

Anexo C
Ecuaciones para el cálculo de la longitud del sobrecalentador

Parámetro	Valor
Número de Reynolds	$Re = \frac{\rho v D_i}{\mu} = 12009,81$
Factor de fricción	$\frac{1}{\sqrt{f}} = 2 \log(Re \sqrt{f}) - 0,8$ para $Re > 4000$ $f = 0,032$
Número de Nusselt	$Nu_D = \frac{\left(\frac{f}{8}\right)(Re-1000)Pr}{1 + 12,7\left(\frac{f}{8}\right)^{1/2}(Pr^{2/3}-1)} = 43,235$ para $3000 < Re < 10^6$
Coefficiente de convección interno	$h_f = \frac{Nu_D k_v}{D_i} = 40,788 \frac{W}{m^2 K}$
Coefficiente Global de Transferencia de Calor	$\frac{1}{UA} = \frac{1}{2\pi \cdot r_i \cdot l \cdot h_v} + \frac{Ln\left(\frac{r_o}{r_i}\right)}{2\pi \cdot k_a \cdot l}$ $UA = 6,3434 \cdot l$
Longitud del Sobrecalentador	$\frac{T_{s,v} - T_{e,v}}{T_o - T_{e,v}} = 1 - e^{\frac{-UA}{\dot{m}_v \cdot Cp_v}}$ $l = 1,88 m \approx 1,9m$

Anexo D

Procedimiento de cálculo para el espesor de aislante del sobrecalentador.

1. Suponer un valor para la temperatura en la superficie del aislante.
2. Calcular la temperatura de película.

$$T_f = \frac{T_s + T_\infty}{2} \quad \text{Eq.D.1}$$

3. Hallar las propiedades del aire (viscosidad, conductividad térmica y número de Prandtl) a la temperatura de película.

4. Calcular el gradiente de densidad.

$$\beta = \frac{1}{T_f} \quad \text{Eq. D.2}$$

5. Calcular el número de Grashof y el número de Rayleigh.

$$Gr = \frac{g \cdot \beta \cdot (T_s - T_\infty) \cdot L_c^3}{\nu^2} \quad \text{Eq. D.3}$$

$$Ra_D = Gr_D \text{ Pr} \quad \text{Eq. D.4}$$

A partir del valor anterior del Ra se calcula el número de Nusselt.

$$\bar{Nu}_D = 0,36 + \frac{0,518 Ra_D^{1/4}}{\left[1 + \left(\frac{0,559}{\text{Pr}}\right)^{9/16}\right]^{4/9}}; \quad 10^{-6} < Ra_D \leq 10^9 \quad \text{Eq. D.5}$$

$$\bar{Nu}_D = \left\{ 0,60 + 0,387 \left[\frac{Ra_D}{\left[1 + \left(\frac{0,559}{\text{Pr}}\right)^{9/16}\right]^{16/9}} \right]^{1/6} \right\}^2; \quad Ra_D \geq 10^9 \quad \text{Eq. D.6}$$

A continuación se calcula el coeficiente de convección

$$Nu = \frac{h \cdot d}{k} \rightarrow h = \frac{Nu \cdot k}{d} \quad \text{Eq. D.7}$$

Calcular el coeficiente global de transferencia de calor entre la pared de la resistencia y el aislante y el calor transferido

$$\frac{1}{UA} = \frac{\text{Ln}\left(\frac{d_{ar}}{d_{Res}}\right)}{2 \cdot \pi \cdot k_{ar} \cdot l} + \frac{\text{Ln}\left(\frac{d_{as}}{d_{ar}}\right)}{2 \cdot \pi \cdot k_{as} \cdot l} \quad \text{Eq. D.8}$$

$$\dot{Q} = UA \cdot (T_{Res} - T_s) \quad \text{Eq. D.9}$$

Con el valor del calor calculado en el paso anterior, encontrar la temperatura en la superficie del aislante de acuerdo a la siguiente ecuación

$$\dot{Q} = h \cdot (\pi \cdot d_{as} \cdot l) \cdot (T_s - T_\infty) \rightarrow T_s = \frac{\dot{Q}}{h \cdot (\pi \cdot d_{as} \cdot l)} + T_\infty \quad \text{Eq. D.10}$$

Con el valor de T_s calculado en el paso 9, se repiten los pasos 2-9 hasta que la diferencia entre los valores de T_s sea menor a 3 grados.

Anexo E
Procedimiento de cálculo para platina de orificio con tomas en la brida

El diámetro D a la temperatura del fluido es:

$$D = D_0 [1 + H \cdot 10^5 (t - t_0)] \quad \text{Eq. E.1}$$

Siendo

- D = diámetro a la temperatura de paso del fluido en mm
- D₀ = diámetro medido a la temperatura ambiente en mm
- H = coeficiente de dilatación de la tubería en mm/m
- t-t₀ = diferencia de temperaturas entre la del fluido y la ambiente en °C

Número de Reynolds, $Re_D = \frac{1,2732 \cdot 10^6 \cdot Q_m}{\mu \cdot D}$ Eq.

E.2

- Con Q_m = Caudal de diseño kg/s
- μ = viscosidad absoluta en cP (centipoises) en condiciones de servicio.

Se calcula un valor aproximado de β de acuerdo con la formula:

$$\beta = \left[\frac{Q_m^2}{4,6 \cdot 10^{-10} \cdot D^4 \cdot PD \cdot \rho + Q_m^2} \right]^{0,25} \quad \text{Eq. E.3}$$

- Con PD = presión diferencial en bar
- ρ = densidad del fluido en kg/m³ en condiciones de servicio

Se comprueba que el valor del Re_D esté dentro de los límites requeridos.

En la siguiente tabla se proporcionan los valores máximos que puede tener la rugosidad relativa k/D de la tubería, para una distancia de 10 diámetros de tubería aguas arriba de la placa de orificio, para satisfacer la norma ISO.

B	0,3	0,32	0,34	0,36	0,38	0,4	0,45	0,50	0,60	0,70	0,75
k/D *10⁴	25	18,1	12,9	10	10	10	10	10	10	10	10

Si k/D*10⁴ es < 10 no hay limite para el valor de β.

A partir del valor anterior de β se calcula el factor de expansión ε (en los líquidos es 1).

$$\varepsilon = 1 - (0,41 + 0,35 \cdot \beta^4) \cdot \frac{PD}{P1 \cdot \kappa} \quad \text{Eq. E.4}$$

Siendo

P1 = Presión del fluido aguas arriba de la placa en bar

κ = Coeficiente isentrópico, relación de los calores específicos a presión y volumen constante respectivamente.

Se calcula el coeficiente de descarga C según la formula:

$$C = 0,5959 + 0,312 \cdot \beta^{2,1} - 0,184 \cdot \beta^8 + 0,0029 \cdot \beta^{2,5} \left(\frac{10^6}{Re_D} \right)^{0,75} + \left(\frac{2,286}{D} \right) \cdot \frac{\beta^4}{1 - \beta^4} \cdot \left(\frac{0,85598}{D} \right) \cdot \beta^3 \quad \text{Eq.E.5}$$

Si el diámetro D a la temperatura de paso del fluido es menor o igual a 58,615 mm, entonces el coeficiente 2,286 que afecta al término $\frac{\beta^4}{1 - \beta^4}$ cambia a 0,039.

A continuación se calcula un nuevo valor de β mediante la formula siguiente, en la que F_s es un factor de corrección que se utiliza cuando el fluido es vapor de agua (liquido y gas $F_s = 1$) con un contenido de humedad W1%:

$F_s = 1 + 0,0074 \cdot W1$. Esta formula se limita para $W1\% \leq 5\%$

$$\beta^2 = \frac{2847,05 \cdot Q_m}{D^2 \cdot \varepsilon \cdot C \cdot F_s} \cdot \sqrt{\frac{1 - \beta^4}{PD \cdot \rho}} \quad \text{Eq. E.6}$$

Con el valor calculado de β , se repiten los cálculos de los puntos 4 a 6, hasta que el valor obtenido de β se aproxima a la centésima.

7. El diámetro del orificio a la temperatura de servicio del fluido es: $d = \beta \cdot D$

8. El diámetro del orificio a mecanizar, siendo H el coeficiente de dilatación de la placa, es:

$$d_m = \frac{d}{1 + H \cdot (t - t_0)} \quad \text{Eq. E.7}$$

Anexo F

Características del catalizador



El acetato de níquel se presenta bajo forma de polvo verde y emana el típico olor del ácido acético. El acetato de níquel es soluble en el agua, pero no es soluble en alcohol; se utiliza principalmente como mordente en tintorería o como catalizador en reacciones de hidrogenación catalítica, ya que ayuda a promover la hidrogenación y a evitar la coquización

Formula	Ni(CH ₃ COO) ₂ ·4H ₂ O
Aspecto	El acetato de níquel es un polvo verde de aspecto cristalino.
Solubilidad	El acetato de níquel es soluble en el agua pero es insoluble en los alcoholes.
Precauciones	El acetato de níquel es nocivo por inhalación e ingestión; puede tener efectos cancerígenos a pesar de que las pruebas sean insuficientes; puede provocar sensibilización por contacto con la piel.

Tabla F1 ficha técnica del acetato de níquel

Para el proceso realizado se utilizó acetato de níquel de fuente orgánica soportado en alúmina en un porcentaje del 3%. Este fue suministrado por el Instituto Colombiano del Petróleo ICP.

Anexo G

Diseño del intercambiador de calor

Se diseña un intercambiador de calor de tubos y carcasa. El cálculo se realiza para una temperatura de entrada de los vapores de 300°C. Se calcula el calor retirado por el agua de enfriamiento.

$$Q = \dot{m} C_p \Delta T = 9,83 \text{ kJ/s}$$

Donde:

$$\dot{m} = 84 \text{ ml/s}$$

$$C_p = 4,18 \text{ kJ/kg K}$$

$$\Delta T = 28 \text{ K}$$

Luego se calcula el área de intercambio de calor con:

$$A = \frac{Q}{U \Delta TLM} = 3,3 \text{ ft}^2 = 0,31 \text{ m}^2$$

Donde

$$\Delta TLM = 168,91 \text{ °F}$$

$$Q = 9,83 \text{ kJ/s}$$

Para hallar el área de intercambio se necesita conocer el coeficiente global de transferencia de calor U . Teniendo en cuenta que se está diseñando para una temperatura de entrada de vapores de 300°C y que a esta temperatura se desprenden productos tan pesados como los querosenos, se tiene que el coeficiente¹¹ es:

$$U = 60 \text{ Btu/°F ft}^2 \text{ h}$$

La longitud del intercambiador se fija en 0,5 m y con esto se calcula el número de tubos necesarios. Para los tubos se toma un diámetro de $\frac{3}{4}$ de pulgada⁸.

El área de intercambio de cada tubo es 0,6 entonces el número de tubos es:

$$\text{No tubos} = \frac{\text{Área de intercambio total}}{\text{Área de intercambio por tubo}} = 12$$

Anexo H Curva de calibración platina de orificio

La curva de calibración de la platina de orificio se muestra en la figura 1. Los medidores de orificio se ajustan a una ecuación que sigue la forma:

$$Q = K \cdot \left(2 \frac{\Delta P}{\rho} \right)^n, \text{ al linealizar esta ecuación se obtiene:}$$

$$\text{Ln}(Q) = \text{Ln}(K) + n \cdot \text{Ln} \left(2 \frac{\Delta P}{\rho} \right) \quad \text{Eq. H.1}$$

Figura 1. Calibración de la platina de orificio.

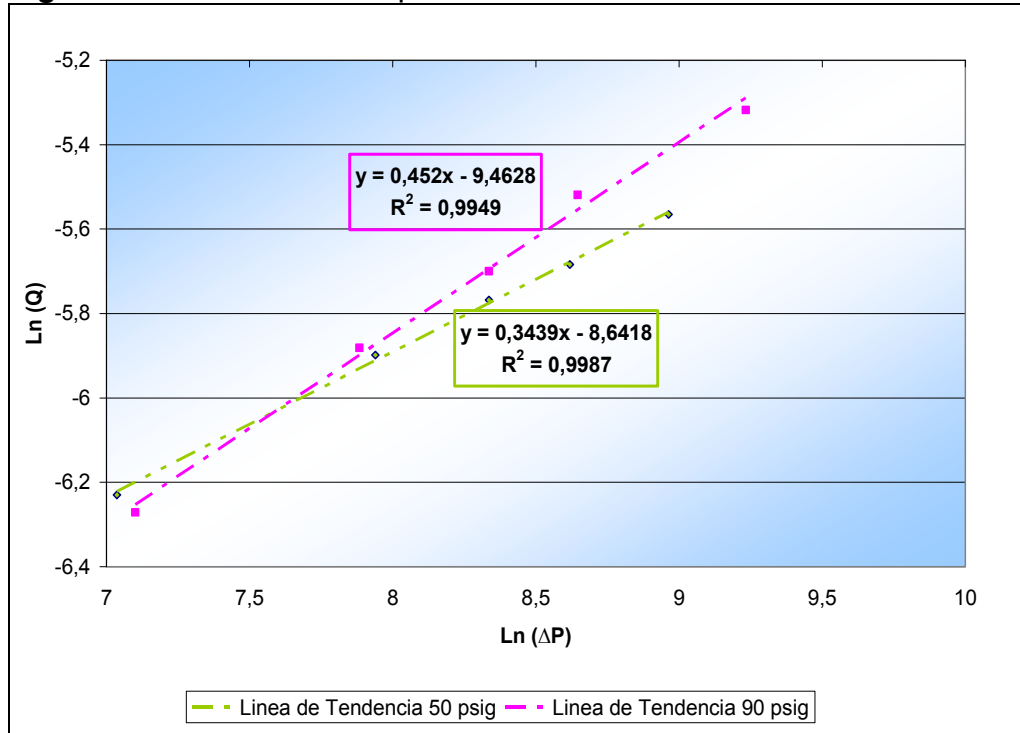


Figura 1. Calibración de la platina de orificio.

Las constantes de la ecuación H.1 se obtienen de la línea de tendencia para la calibración de la platina.

De acuerdo a la norma ISO 5167 $K = C \cdot E \cdot \varepsilon \cdot d^2 \cdot (\pi / 4)$

Donde

C- coeficiente de descarga

E-Coeficiente de velocidad de acercamiento $E = \frac{1}{\sqrt{(1-\beta^4)}}$

ε -coeficiente experimental de expansión

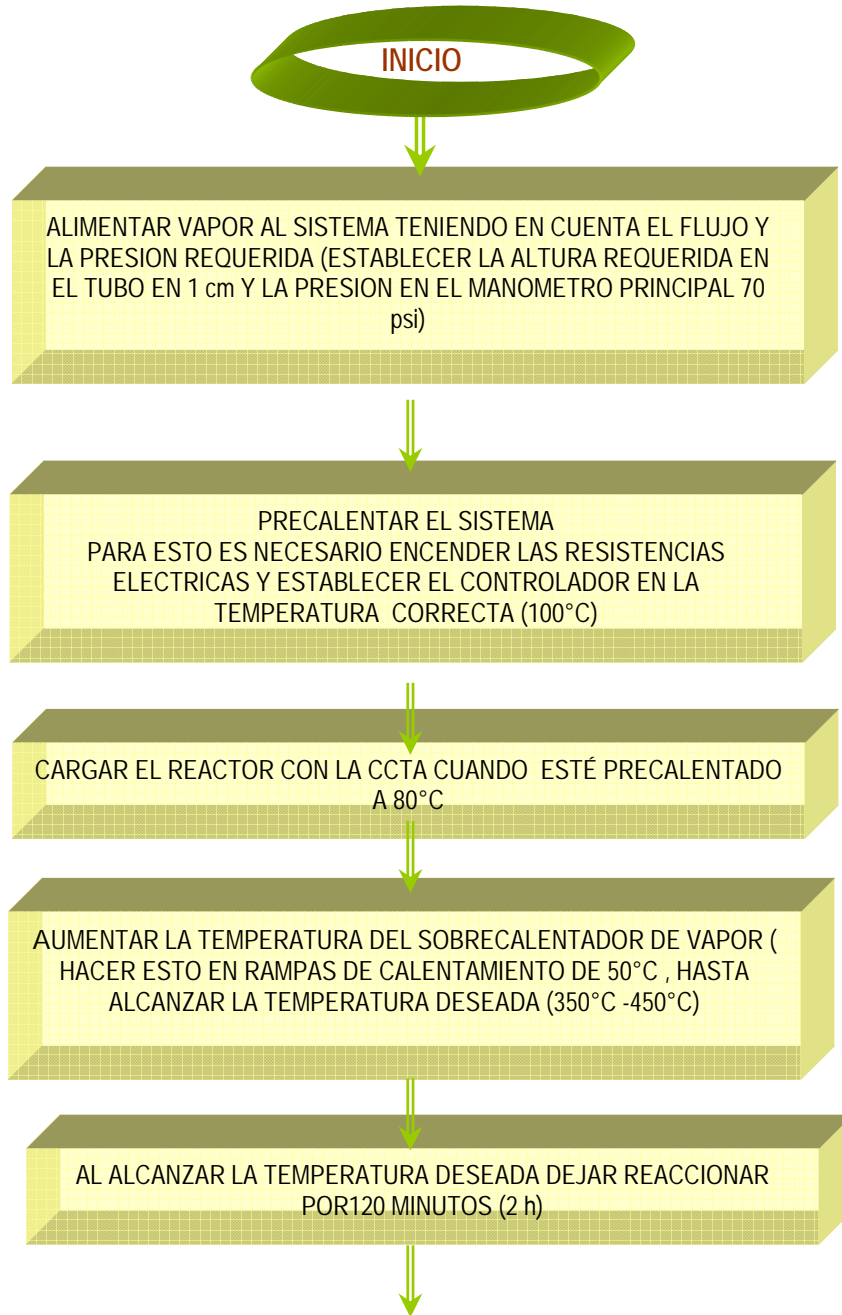
d- Diámetro del orificio

Presión antes de la platina 50 psig		Presión antes de la platina 90 psig	
Ln K	-8,6418	Ln K	-9,4628
N	0,3439	n	0,452
E*A	0,00012674	E*A	0,00012674
$C \cdot \varepsilon$	1,39312369	$C \cdot \varepsilon$	0,6129

Tabla 1. Resultados de la calibración del medidor de flujo

El coeficiente de descarga (C) teórico de la platina calculado con la ecuación 4.28 da un valor de 0,6311, para las condiciones de diseño. Como se observa en la tabla 1, el coeficiente de descarga y el exponente n para la presión de 90 psig son más cercanos a los valores teóricos (0,63 y 0,5 respectivamente) que los obtenidos a una presión de 50 psig; esto se debe al estrangulamiento que sufre el vapor en la válvula de diafragma para reducir su presión de 100 a 50 psig ya que aumenta el contenido de humedad en el vapor.

Anexo I
Procedimiento de operación del sistema piloto



DURANTE EL TIEMPO DE REACCION TOMAR LAS SIGUIENTES MEDICIONES

- ✚ NIVEL DEL TUBO EN U
- ✚ PRESION DE ENTRADA
- ✚ TEMPERATURA DE LA SALIDA DEL VAPOR
- ✚ TEMPERATURA DE ENTRADA DEL VAPOR AL REACTOR
- ✚ PRESION DEL REACTOR
- ✚ TEMPERATURA DEL REACTOR (PAREDES)
- ✚ TEMPERATURA A LA SALIDA DEL REACTOR
- ✚ TEMPERATURA EN MEDIO DE LOS DOS INTERCAMBIADORES
- ✚ TEMPERATURA A LA SALIDA DE LOS INTERCAMBIADORES



AL FINALIZAR EL TIEMPO DE REACCION ENFRIAR BAJANDO LA TEMPERATURA DE LAS RESISTENCIAS Y DEJANDO PASAR VAPOR SATURADO



DESCARGAR Y TOMAR LAS MUESTRAS PARA LOS ANÁLISIS