



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 333 473**

51 Int. Cl.:

B01J 8/22 (2006.01)

B01J 8/00 (2006.01)

C10G 2/00 (2006.01)

C07C 1/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06817440 .8**

96 Fecha de presentación : **02.10.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1940540**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.07.2008**

54 Título: **Procedimiento de filtrado.**

30 Prioridad: **04.10.2005 ZA 05/8009**
28.11.2005 US 740624 P
22.12.2005 ZA 05/0404

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.02.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.02.2010

73 Titular/es: **The Petroleum Oil and Gas Corporation
of South Africa (Pty) Ltd.**
151 Frans Conradie
7500 Parow, ZA
StatoilHydro ASA

72 Inventor/es: **Minnie, Ockert, Rudolph;**
Taylor, Patrick, Otto;
Søraker, Pål y
Fathi, Marcus

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 333 473 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de filtrado.

5 Campo técnico de la invención

Esta invención se refiere a un procedimiento y una instalación para la separación de líquido desde un reactor de columna de burbujeo de lechada.

10 Antecedentes de la invención

Los reactores de columna de burbujeo de lechada son bien conocidos en el estado de la técnica, y ampliamente utilizados para procesos Fischer-Tropsch de Baja Temperatura (LTFT). Los procesos LTFT incluyen la etapa de burbujear gas de síntesis, consistente principalmente en monóxido de carbono e hidrógeno, a través de una columna de líquido hidrocarburo, en el que las partículas de catalizador están suspendidas. El gas de síntesis reacciona en presencia del catalizador para formar predominantemente hidrocarburos líquidos. Los hidrocarburos líquidos son separados de la columna, principalmente mediante filtrado. Los filtros están preferentemente en el interior de la columna. La distribución del tamaño de partícula de catalizador y el tamaño de la malla de filtro, están normalmente dentro de una gama seleccionada. Típicamente, tales filtros están fabricados a partir de elementos de malla de alambre trenzado de acero inoxidable, de metal sinterizado, de filtro en cuña de alambre o cerámico. Con frecuencia, se acumula torta de filtro por la parte exterior del filtro, aunque esto es normal y en algunos casos necesario para el filtrado; la torta de filtro necesita ser extraída cuando la velocidad de filtrado disminuye por debajo de un nivel aceptable. La forma preferida de extraer esta torta de filtro consiste en someter el filtro a un retroflujo periódico. Sin embargo, las partículas disgregadas, o finos, de catalizador pueden ser atrapadas en las aberturas del filtro o recogidas por el lado de filtrado del filtro, y eventualmente, a pesar del retroflujo, la velocidad de filtrado puede disminuir por debajo de niveles aceptables. El retroflujo puede, en algunos casos, arreglar el problema de reducción de las velocidades de filtrado forzando a las partículas disgregadas recogidas sobre el lado de filtrado del filtro de nuevo hacia los poros del filtro, donde las partículas disgregadas pueden quedar permanentemente atrapadas. Se conoce bien el hecho de que una velocidad de filtrado aceptable de líquidos, combinada con una pérdida aceptable de tal columna LTFT, es un importante obstáculo de diseño que debe ser superado para el éxito comercial.

Una solución a este problema ofrecida en la técnica anterior, consiste en una combinación de distribución de tamaño de partícula de catalizador cuidadosamente seleccionada y de tamaño de malla de filtro, como enseña el documento WO 00/45948. Sin embargo, en un reactor de columna de burbujeo de lechada se produce la abrasión del catalizador, y con el tiempo, se forman partículas disgregadas de catalizador fuera de la gama seleccionada en el interior de la columna. Como resultado, gran parte de la investigación ha sido enfocada a catalizadores de LTFT resistentes a la abrasión, sin mucho éxito debido a las altas velocidades de flujo en el interior de un reactor de columna de burbujeo de lechada. Otra solución, enseñada por el documento EP 609 079, consiste en someter a retroflujo el filtro, seguido de un período de espera antes de reanudar el filtrado, para permitir que la turbulencia en el interior de la columna rompa la torta de filtro, y retire la torta de filtro desde el filtro. Sin embargo, las partículas disgregadas de catalizador del interior de los poros de filtro y del lado de filtrado del filtro, permanecen atrapadas.

El documento US 2002/0128330 A1 describe una separación de productos hidrocarburos sintéticos líquidos a partir de partículas de catalizador, haciendo pasar los productos hidrocarburos sintéticos líquidos a través de una pluralidad de filtros cilíndricos y cerrados, de tal modo que el líquido pasa a través de los filtros y el conglomerado de partículas de catalizador por fuera de los filtros. El filtro puede ser despojado del catalizador conglomerado mediante el envío de producto hidrocarburo líquido sintético a alta presión hasta una entrada de líquido de retroflujo del filtro, de tal modo que el producto hidrocarburo líquido sintético fluye por el filtro y a continuación sale del filtro de modo que desaloja las partículas de catalizador conglomeradas del exterior de los filtros.

Se prevé que la invención pueda ser aplicada en cualquier procedimiento y aparato para la separación de líquidos a partir de una mezcla de tres fases.

Descripción general de la invención

La invención resuelve este problema mediante un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1. Las reivindicaciones dependientes se refieren a realizaciones preferidas de la invención.

De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento para la separación de líquido a partir de una columna de burbujeo de lechada de tres fases, cuyo procedimiento incluye las etapas de:

- a) aplicar un diferencial de presión de filtrado a través de los medios de filtrado de un elemento de filtro hueco, y de una torta de filtro cualquiera formada en el exterior de dicho elemento de filtro, para obtener y retirar un filtrado desde el interior del elemento de filtro;
- b) en paralelo o a continuación: cargar el interior del elemento de filtro con un fluido de enjuagado para limpiar el interior del filtro respecto a partículas disgregadas de catalizador;

ES 2 333 473 T3

- c) aplicar un diferencial de presión de retrolavado opuesto al diferencial de presión de filtrado, para forzar un fluido de retroflujo en dirección opuesta a través de los medios de filtro para desalojar la acumulación de torta de filtro.

5 Las etapas pueden ser etapas repetitivas.

La etapa (b) será mencionada como etapa de enjuagado, y la etapa (c) como etapa de retroflujo.

10 El procedimiento incluye extraer el fluido de enjuagado junto con cualesquiera partículas disgregadas suspendidas desde el interior del filtro.

El interior del filtro debe ser cargado con fluido de enjuagado cuando la velocidad de filtrado haya alcanzado un nivel bajo predeterminado, o después de un tiempo predeterminado.

15 La etapa de aplicar presión de retroflujo debe seguir, después de un tiempo predeterminado, a la etapa de cargar el interior del filtro con fluido de enjuagado.

20 El elemento de filtro puede ser un filtro de superficie (denominados también filtros de dos dimensiones), con preferencia un filtro de alambre trenzado o filtro de ranura, cerrado por ambos extremos.

25 En oposición a lo que enseña el documento WO 00/45948, no se necesita ninguna selección cuidadosa de ninguna combinación de distribución del tamaño de partícula del catalizador y de tamaño de malla del filtro. El tamaño de malla de filtro puede ser más pequeño, más grande o similar al tamaño medio de partícula de las partículas de catalizador de la lechada. Con preferencia, el tamaño de malla de filtro puede ser del mismo orden que el tamaño medio de partícula de las partículas de catalizador de la lechada.

30 La presión de carga del fluido de enjuagado, cuando se carga en el interior del elemento de filtro, deberá ser más baja que, o similar a, la presión del exterior del elemento de filtro, en la fase de lechada, para minimizar el transporte de dicho fluido de enjuagado a través del elemento de filtro hacia la fase de lechada.

El fluido de enjuagado puede consistir en cualquier líquido hidrocarburo esencialmente libre de partículas disgregadas. El fluido de enjuagado puede consistir, preferentemente, en productos líquidos procedentes de la reacción de Fischer-Tropsch; cera líquida filtrada, o productos gaseosos condensados.

35 El volumen del líquido de enjuagado debe ser elegido de modo que sea similar o mayor que el volumen interior del elemento de filtro.

40 Cuando se carga el fluido de enjuagado, el filtrado puede fluir aún a través del elemento de filtro desde la fase de lechada.

El filtro puede ser cargado desde la parte superior o desde la parte inferior del filtro. El filtro puede ser cargado, con preferencia, de una manera turbulenta para incrementar la suspensión de las partículas disgregadas en el fluido de enjuagado.

45 El líquido de enjuagado extraído junto con cualesquiera partículas disgregadas suspendidas en el mismo, puede ser dirigido a un recipiente de líquido de enjuagado para su procesamiento adicional.

50 La carga del interior del elemento de filtro con el citado fluido de enjuagado, puede ser repetida una o más veces con anterioridad a la etapa de retroflujo.

La presión de carga del fluido de retroflujo, cuando se carga en el interior del elemento de filtro, debe ser mayor que la presión en el exterior del elemento de filtro, en la fase de lechada, para forzar el transporte de dicho fluido de retroflujo a través del elemento de filtro hacia la fase de lechada.

55 El fluido de retroflujo puede consistir en cualquier hidrocarburo líquido. El líquido de retroflujo puede ser el mismo fluido que el fluido de enjuagado, u otro fluido. El fluido de retroflujo puede consistir preferentemente en productos líquidos de la reacción de Fischer-Tropsch, cera líquida filtrada o productos gaseosos condensados.

60 El fluido de retroflujo puede incluir también una combinación de líquido y gas. El gas puede consistir en productos gaseosos de la reacción de Fischer-Tropsch, gas de síntesis, o un gas inerte tal como el nitrógeno. La combinación de líquido y gas puede ser cargada simultáneamente o secuencialmente.

El flujo de líquido de retroflujo deberá ser igual o mayor que el doble del flujo medio de filtrado de líquido.

65 En oposición a lo que se enseña en el documento WO 00/45948, no se necesita en general ningún período de espera entre la secuencia de retroflujo y la secuencia de filtrado. Sin embargo, un período de espera con anterioridad a la reanudación del filtrado, constituye aún una opción dentro del marco de la presente invención.

ES 2 333 473 T3

La salida para el filtrado y el fluido de enjuagado, debe estar preferentemente situada en el fondo del elemento de filtro.

5 La temperatura del fluido de enjuagado y del fluido de retroflujo deberá ser suficientemente alta como para evitar la condensación de agua en la fase de lechada en las proximidades del elemento de filtro.

Se ha descrito una instalación para la separación de líquido desde una columna de burbujeo de lechada de tres fases, cuya instalación incluye:

- 10 a) al menos un elemento de filtro hueco y encerrado, y
- b) uno o más conductos en comunicación de fluido con el volumen interno del filtro, estando al menos un conducto configurado o conectado para la afluencia de fluido de enjuagado, y estando al menos un conducto configurado o conectado para la descarga de fluido de enjuagado.

15 El término “encerrado” se utiliza en este contexto para describir un elemento de filtro en el que no existe comunicación directa de líquido entre el lado de lechada y el lado de filtrado del elemento de filtro, salvo para el paso de fluidos a través de la propia membrana de filtro.

20 Los conductos pueden estar provistos de válvulas para impedir o permitir el flujo de fluidos a través de los mismos.

Un conducto debe estar configurado o conectado para la extracción del filtrado.

25 Un conducto puede estar configurado o conectado para la afluencia de fluido de retroflujo.

La instalación puede incluir un recipiente para almacenaje de líquido de enjuagado en comunicación de fluido con el conducto configurado o conectado para la descarga de fluido de enjuagado.

30 El procedimiento descrito en lo que antecede puede incluir un proceso LTFT.

La instalación, según se ha descrito en lo que antecede, puede estar incluida en una planta LTFT.

Descripción detallada de la invención

35 La invención va a ser descrita ahora de forma más detallada, y con referencia a los dibujos que se acompañan.

La Figura 1 muestra una primera realización simplificada de una instalación para la separación de líquido desde un reactor de columna de burbujeo de lechada, de acuerdo con la invención;

40 la Figura 2 y la Figura 3 muestran realizaciones alternativas del conducto para el flujo de salida desde los elementos de filtro;

la Figura 4 muestra una realización alternativa con conductos separados, para el suministro de líquido de enjuagado y de líquido de retroflujo;

45 la Figura 5 muestra una instalación alternativa en la que el retroflujo está asistido con gas;

la Figura 6 muestra una instalación alternativa con recipientes separados, para el suministro de fluido de enjuagado y de fluido de retroflujo;

50 la Figura 7 muestra una instalación alternativa con recipientes separados, para el almacenaje de filtrado y de fluido de enjuagado;

55 la Figura 8 muestra una instalación alternativa en la que el filtrado se utiliza como fluido de enjuagado y fluido de retroflujo;

las Figuras 9 y 10 muestran disposiciones alternativas para reciclar el filtrado que va a ser utilizado como líquido de enjuagado y como líquido de retroflujo, y

60 la Figura 11 muestra las velocidades de flujo de filtrado a partir de un experimento en un reactor LTFT.

Con referencia a la Figura 1, un dispositivo para la separación de líquido a partir de una lechada, de acuerdo con la invención, ha sido instalado en la sección superior de un reactor 1 de columna de burbujeo de lechada LTFT, por debajo del nivel de la lechada indicado con 2. El dispositivo de separación incluye una pluralidad de elementos de filtro huecos inmersos en la lechada, con orientación vertical. Por simplicidad, solamente se muestra un de tales elementos 11 de filtro en la Figura 1. El elemento 11 de filtro es un filtro de superficie, con preferencia un filtro de alambre trenzado de acero inoxidable o filtro de ranura, cerrado por ambos extremos. Con preferencia, el tamaño de malla del elemento de filtro es del mismo orden que el tamaño medio de partícula de las partículas de catalizador

ES 2 333 473 T3

presentes en la lechada. Un conducto 12 de entrada de elemento de filtro, en la parte superior del elemento 11 de filtro, conecta el elemento 11 de filtro y un recipiente 21 para el suministro de fluido de enjuagado y de fluido de retroflujo, y un conducto 13 de salida de elemento de filtro, situado en la parte inferior del elemento 11 de filtro, conecta el elemento 11 de filtro y un recipiente 22 para almacenaje de filtrado y de fluido de enjuagado. Un conducto 14 de comunicación de gas, entre la parte superior del recipiente 22 de almacenaje y la fase gaseosa por encima del nivel 2 de lechada en el reactor 1 de columna de burbujeo de lechada LTFT, asegura la comunicación de gas entre el recipiente 22 de almacenaje y el reactor 1 de columna de burbujeo de lechada LTFT, como se describe mejor en el documento US 5.407.644.

10 Cada uno de los tres conductos 12, 13 y 14 mencionados anteriormente, están equipados con una válvula para impedir o permitir el flujo de fluidos a su través: la válvula 31 del conducto de comunicación de gas, la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro, y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro.

15 En la primera realización, el procedimiento para la separación de líquido desde una columna 1 de burbujeo de lechada de tres fases LTFT, incluye las etapas de aplicar un pequeño diferencial de presión de filtrado a través de un elemento 11 de filtro hueco y de cualquier acumulado de torta de filtro presente sobre el mismo, para obtener y retirar un filtrado desde el interior de dicho elemento de filtro. El diferencial de presión está controlado por el nivel 2 de lechada en la columna 1 de burbujeo de lechada de tres fases LTFT, y manteniendo abierta la válvula 31 del conducto de comunicación de gas del conducto 14 de comunicación de gas entre la parte superior del recipiente 22 de almacenaje y la fase gaseosa por encima del nivel 2 de lechada en el reactor 1 de columna de burbujeo de lechada LTFT. El filtrado es retirado desde el elemento 11 de filtro hasta el recipiente 22 de almacenaje de filtrado, a través del conducto 13 de salida de elemento de filtro, y con la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro abierta. La válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro se mantiene cerrada durante la etapa de filtrado.

25 Opcionalmente, el conducto 13 de salida de elemento de filtro está equipado con lo que se conoce como “cuello de cisne” 41, ilustrado en la Figura 2. El “cuello de cisne” 41 consiste en una curvatura del conducto 13 de salida de elemento de filtro. El nivel vertical de dicha curvatura tiene el mismo nivel vertical que la parte superior del elemento 11 de filtro, según se indica mediante la línea A-A de nivel vertical de la Figura 2. La instalación de esta “cuello de cisne” 41 opcional, asegura que el interior del elemento 11 de filtro se llena de líquido durante la etapa de filtrado.

30 Opcionalmente, el conducto 13 de salida de elemento de filtro está equipado con una válvula 34 de control de flujo del conducto de salida de elemento de filtro, ilustrada en la Figura 3, estando con ello capacitado para controlar la velocidad de flujo del filtrado, y estando también capacitado para mantener el interior del elemento 11 de filtro lleno de líquido durante la etapa de filtrado, si así se desea.

35 Haciendo de nuevo referencia a la Figura 1, la etapa de filtrado va seguida de una etapa de enjuagado por apertura de la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro. El interior del elemento 11 de filtro se carga a continuación con un fluido de enjuagado que comprende productos LTFT gaseosos condensados procedentes del recipiente 21 de suministro de fluido de enjuagado a través del conducto 12 de entrada de elemento de filtro. La presión de carga del líquido de enjuagado deberá ser inferior o similar a la presión de la salida del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para minimizar el transporte del fluido de enjuagado a través del elemento de filtro hacia la fase de lechada. (Como resulta obvio para cualquier experto en la materia, se necesitan medios para el control de la presión del recipiente 21 de suministro de fluido de enjuagado, incluso aunque éstos no hayan sido incluidos en ninguna de las figuras ilustrativas). El volumen del líquido de enjuagado deberá ser seleccionado de modo que sea similar a, o mayor que, el volumen interior del elemento 11 de filtro. El fluido de enjuagado y cualesquiera partículas disgregadas recogidas en el interior del elemento 11 de filtro, son retirados a continuación desde el elemento 11 de filtro, a través del conducto 13 de salida de elemento de filtro, hasta el recipiente 22 de almacenaje.

50 Dependiendo de la presión de carga del líquido de enjuagado y de la caída de presión a través del elemento 11 de filtro y de la torta de filtro del exterior de dicho elemento de filtro, puede existir o no transporte de filtrado a través del elemento 11 de filtro desde la fase de lechada durante la etapa de enjuagado.

55 La etapa de enjuagado va seguida de una etapa de retroflujo mediante cierre de la válvula 31 del conducto de comunicación de gas, y de la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro.

En esta primera realización, el fluido de retroflujo y el fluido de enjuagado son el mismo fluido: los productos LTFT gaseosos condensados procedentes del recipiente 21 de suministro a través del conducto 12 de entrada de elemento de filtro.

60 La presión de carga del fluido de retroflujo puede ser mayor que la presión en el exterior del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para forzar el transporte de dicho fluido de retroflujo a través del elemento 11 de filtro, para soltar la acumulación de torta de filtro. El flujo de líquido de retroflujo debe ser igual a, o mayor que, dos veces el flujo medio de filtrado de líquido.

65 Una vez completada la etapa de retroflujo, la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro se cierra, y la válvula 31 del conducto de comunicación de gas y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro se abren, y se puede reanudar el filtrado normal con o sin tiempo de espera.

ES 2 333 473 T3

Opcionalmente, el conducto 12 de entrada de elemento de filtro está equipado con dos válvulas, según se ha ilustrado en la Figura 4; una para que esté abierta cuando se carga líquido de enjuagado, y una cuando se carga líquido de retroflujo. Al comienzo de la etapa de enjuagado, la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro permanece cerrada, mientras que la válvula 35 que controla la carga de líquido de enjuagado, está abierta, siendo con
5 ello susceptible de controlar la velocidad de flujo del líquido de enjuagado. Al final de la etapa de filtrado, esta válvula 35 que controla la carga de líquido de enjuagado se cierra, y la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro se abren, seguido de una etapa de retroflujo como se ha descrito anteriormente.

En una segunda realización, la etapa de enjuagado no va seguida de etapa de retroflujo, sino de una segunda etapa
10 de filtrado. Esto se hace cerrando la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro después de la terminación de la etapa de enjuagado, y una nueva etapa de filtrado puede ser reanudada sin ningún tiempo de espera. La segunda etapa de filtrado va seguida entonces de una segunda etapa de enjuagado mediante apertura de la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro, según se ha descrito en la etapa de enjuagado de la primera realización. La
15 segunda etapa de enjuagado puede ir seguida, ya sea de una etapa de retroflujo cerrando la válvula 31 del conducto de comunicación de gas y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro como se ha descrito en la primera realización, o bien la segunda etapa de enjuagado puede ir seguida de una o más etapas adicionales de filtrado y enjuagado con anterioridad a la etapa de retroflujo. El volumen de líquido de enjuagado en cada etapa de enjuagado debe ser elegido de modo que sea similar a, o mayor que, el volumen interior del elemento 11 de filtro.

En una tercera realización, ilustrada en la Figura 5, la etapa de retroflujo está asistida con gas. Un conducto 51 de
20 retroflujo de gas se encuentra conectado al conducto 12 de entrada de elemento de filtro.

El conducto 51 de retroflujo de gas está equipado con una válvula 52 de conducto de retroflujo para impedir o
25 permitir el flujo de fluido a su través. En esta realización, la etapa de filtrado y la etapa de enjuagado se llevan a cabo como en la primera realización. Durante la etapa de filtrado y la etapa de enjuagado, la válvula 52 de conducto de retroflujo de gas se mantiene cerrada.

La etapa de retroflujo incluye cerrar la válvula 31 del conducto de comunicación de gas, la válvula 32 del conducto
30 de entrada de elemento de filtro, y la válvula 33 del conducto de entrada de elemento de filtro, y abrir la válvula 52 del conducto de retroflujo de gas.

El gas de retroflujo del conducto 51 de retroflujo de gas, puede consistir en productos gaseosos procedentes de la
reacción de Fischer-Tropsch, gas de síntesis, o un gas inerte tal como nitrógeno.

La presión del gas de retroflujo puede ser mayor que la presión del exterior del elemento 11 de filtro, en la fase
35 de lechada, para forzar el transporte de líquido de enjuagado restante del elemento 11 de filtro y del conducto 12 de entrada de elemento de filtro a través del elemento 11 de filtro, para soltar la acumulación de torta de filtro. El flujo de líquido de retroflujo debe ser igual a, o mayor que, dos veces el flujo medio de filtrado de gas.

Después de que la etapa de retroflujo se ha completado, la válvula 52 del conducto de retroflujo de gas se cierra,
40 y la válvula 31 del conducto de comunicación de gas y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro se abren, y el filtrado normal puede ser reanudado.

En una cuarta realización, ilustrada en la Figura 6, se utilizan recipientes separados para suministrar fluido de
45 enjuagado y fluido de retroflujo. El recipiente 21 se utiliza para suministrar fluido de enjuagado únicamente, mientras que el recipiente 23 de suministro de líquido de retroflujo está conectado al conducto 12 de entrada de elemento de filtro por medio de un conducto 61 de líquido de retroflujo, entre la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro y el elemento 11 de filtro. El conducto 61 de líquido de retroflujo está equipado con una válvula 62 de conducto
50 de líquido de retroflujo para impedir o permitir el flujo de fluido a su través. La etapa de filtrado y la etapa de enjuagado se llevan a cabo como en la primera realización. El fluido de enjuagado puede ser cera LTFT líquida filtrada o cualquier otro líquido hidrocarburo. Durante la etapa de filtrado y la etapa de enjuagado, la válvula 62 del conducto de líquido de retroflujo se mantiene cerrada.

La etapa de retroflujo incluye cerrar la válvula 31 del conducto de comunicación de gas, la válvula 32 del conducto
55 de entrada de elemento de filtro, y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro, y abrir la válvula 62 del conducto de retroflujo; aplicar una presión de retroflujo más alta que la presión en el exterior del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para forzar el transporte del fluido de retroflujo a través del elemento 11 de filtro para soltar la acumulación de torta de filtro. El flujo de líquido de retroflujo debe ser igual a, o mayor que, dos veces el flujo medio de filtrado de líquido. El fluido de retroflujo puede consistir en productos LTFT gaseosos condensados o en otro
60 líquido hidrocarburo procedente del recipiente 23 de suministro a través del conducto 61 de líquido de retroflujo.

Después de que se ha completado la etapa de retroflujo, la válvula 62 del conducto de líquido de retroflujo se
cierra, la válvula 31 del conducto de comunicación de gas y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro
65 se abren, y el filtrado normal puede ser reanudado. En una quinta realización, ilustrada en la Figura 7, se utilizan recipientes separados para almacenar filtrado y fluido de enjuagado. El recipiente 22 se utiliza para almacenar filtrado solamente, mientras que el recipiente 24 de almacenaje de líquido de enjuagado está conectado al conducto 13 de salida de elemento de filtro por medio de un conducto 71 de líquido de enjuagado, entre la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro y el elemento 13 de filtro. El conducto 24 de líquido de enjuagado está equipado con una

ES 2 333 473 T3

válvula 72 de conducto de líquido de enjuagado, para impedir o permitir el flujo de fluido a través del mismo. En esta realización, la etapa de filtrado se lleva a cabo como en la primera realización, y con la válvula 72 del conducto de líquido de enjuagado cerrada.

5 Esta etapa de filtrado va seguida de una etapa de enjuagado mediante cierre de la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro, y la apertura de la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro y de la válvula 72 del conducto de líquido de enjuagado. El interior del elemento 11 de filtro se carga a continuación con un fluido de enjuagado que comprende productos LTFT gaseosos condensados procedentes del recipiente 21 de suministro de fluido de enjuagado, a través del primer conducto 12 de entrada de elemento de filtro.

10 La presión de carga del líquido de enjuagado deberá ser inferior o similar a la presión en el exterior del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para minimizar el transporte del fluido de enjuagado a través del elemento de filtro hacia la fase de lechada. El volumen del líquido de enjuagado debe ser elegido de modo que sea similar o mayor que el volumen interior del elemento 11 de filtro. El fluido de enjuagado y cualesquiera partículas disgregadas recogidas en el interior del elemento 11 de filtro, son retiradas a continuación del elemento 11 de filtro a través del conducto 71 de líquido de enjuagado, hasta el recipiente 24 de almacenaje de líquido de enjuagado.

15 La etapa de enjuagado va seguida de una etapa de retroflujo cerrando la válvula 31 del conducto de comunicación de gas y la válvula 72 del conducto de líquido de enjuagado, aplicando una presión de retroflujo mayor que la presión en el exterior del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para forzar el transporte de dicho fluido de retroflujo a través del elemento 11 de filtro, para soltar la acumulación de torta de filtro. En esta realización, el fluido de retroflujo y el fluido de enjuagado son el mismo fluido: los productos LTFT condensados procedentes del recipiente 21 de suministro a través del conducto 12 de entrada de elemento de filtro. El flujo de líquido de retroflujo puede ser igual a, o mayor que, dos veces el flujo medio de filtrado de líquido.

25 Después de que se ha completado la etapa de retroflujo, se cierran la válvula 32 del conducto de entrada de elemento de filtro y la válvula 31 del conducto de comunicación de gas, y se abre la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro, y el filtrado normal puede ser reanudado.

30 En esa realización, en la Figura 8 ilustrada, no existen recipientes separados para suministrar líquido de enjuagado y líquido de retroflujo, y para almacenar el líquido de filtrado y de enjuagado. La cera del producto LTFT líquida filtrada, se utiliza tanto como líquido de enjuagado como líquido de retroflujo, y el recipiente 22 actúa tanto como suministro de líquido de enjuagado como de líquido de retroflujo, y para almacenar el filtrado. Desde la salida 81 de almacenaje de filtrado, es posible reciclar partes del filtrado hasta el elemento 11 de filtro por un conducto 82 de reciclaje de líquido a través de una bomba 83 de reciclaje de líquido.

35 El conducto 82 de reciclaje de líquido está equipado con válvulas: una válvula 84 de conducto de reciclaje de líquido para impedir o permitir el flujo de fluidos a su través, una válvula 85 de control de líquido, y una válvula 86 de retroflujo.

40 Esta realización incluye las etapas de aplicar un pequeño diferencial de presión a través de un elemento 11 de filtro hueco y de cualquier torta de filtro acumulada sobre el mismo, para obtener y extraer un filtrado desde el interior del elemento de filtro. El diferencial de presión está controlado por el nivel 2 de lechada de la columna 1 de burbujeo de lechada de tres fases LTFT, y manteniendo abierta la válvula 31 del conducto de comunicación de gas en el conducto 14, entre la parte superior del recipiente 22 de almacenaje y la fase gaseosa por encima del nivel 2 de lechada en el reactor 1 de columna de burbujeo de lechada LTFT. El filtrado se extrae desde el elemento 11 de filtro hasta el recipiente 22 de almacenaje de filtrado a través del conducto 13 de salida de elemento de filtro, y con la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro abierta. El conducto 13 de salida de elemento de filtro está equipado con una válvula 34 de control de fluido del conducto de salida de elemento de filtro, para controlar la velocidad de flujo del filtrado. La válvula 84 del conducto de reciclaje de líquido se mantiene cerrada durante la etapa de filtrado.

45 Esta etapa de filtrado va seguida entonces de una etapa de enjuagado mediante la apertura de la válvula 84 de reciclaje de líquido, y de la válvula 85 de control de líquido de enjuagado, cargando el interior del elemento 11 de filtro con cera del producto LTFT líquida filtrada procedente del recipiente 22 a través del conducto 82 de reciclaje de líquido y de la bomba 83 de reciclaje de líquido como fluido de enjuagado. La válvula 86 de retroflujo se mantiene cerrada durante la etapa de enjuagado.

50 La presión de carga de la cera del producto LTFT líquida filtrada debe ser inferior o similar a la presión del exterior del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para minimizar el transporte de la cera del producto LTFT líquida filtrada a través del elemento de filtro hacia la fase de lechada. El volumen de cera del producto LTFT líquida filtrada en la etapa de enjuagado debe ser seleccionado de modo que sea similar a, o mayor que, el volumen interior del elemento 11 de filtro. La cera del producto LTFT líquida filtrada y cualesquiera partículas disgregadas recogidas en el interior del elemento 11 de filtro, son extraídas a continuación desde el elemento 11 de filtro a través del conducto 33 de líquido de enjuagado, hasta el recipiente 22 de almacenaje de líquido de enjuagado.

65 La etapa de enjuagado va seguida de una etapa de retroflujo, cerrando la válvula 31 del conducto de comunicación de gas, la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro, y abriendo la válvula 86 de retroflujo, y aplicando una presión de retroflujo más alta que la presión en el exterior del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para

ES 2 333 473 T3

forzar el transporte de la cera del producto LTFT líquida filtrada a través del elemento 11 de filtro, para soltar la torta de filtro acumulada.

Después de que se ha completado la etapa de retroflujo, la válvula 84 del conducto de reciclaje de líquido y la válvula 86 de retroflujo se cierran, y la válvula 31 del conducto de comunicación de gas y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro se abren, y el filtrado normal puede ser reanudado.

Opcionalmente, el líquido reciclado que va a ser usado como líquido de retroflujo, puede ser encaminado hacia fuera de la bomba 83 de reciclaje según se ha ilustrado en la Figura 9.

Opcionalmente, el líquido reciclado puede ser también almacenado en un tanque de almacenaje de líquido de reciclaje, según se ha ilustrado en la Figura 10. El líquido reciclado a través del conducto 82 de reciclaje de líquido, es bombeado a través de la bomba 83 de reciclaje de líquido hasta un tanque 25 de almacenamiento de reciclaje de líquido, con anterioridad a que el líquido reciclado sea utilizado en las etapas de retroflujo, según se ha descrito anteriormente.

En una séptima realización, con referencia a la Figura 8, la etapa de filtrado y la etapa de enjuagado discurren en paralelo. Durante la etapa de filtrado, la válvula 84 de reciclaje de líquido y la válvula 85 de control de líquido de enjuagado se mantienen abiertas, cargando el interior del elemento 11 de filtro con cera del producto LTFT líquida filtrada desde el recipiente 22, a través del conducto 82 de reciclaje de líquido y de la bomba 83 de reciclaje de líquido, adicionalmente al filtrado transportado a través del elemento 11 de filtro desde la fase de lechada.

La presión de carga de la cera del producto LTFT líquida filtrada debe ser más baja que la presión en el exterior del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para evitar el transporte de líquido de enjuagado a través del elemento de filtro, hacia la fase de lechada. La etapa combinada de filtrado y enjuagado, va seguida de una etapa de retroflujo, cerrando la válvula 31 del conducto de comunicación de gas y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro, y abriendo la válvula 86 de retroflujo, y aplicando una presión de retroflujo más alta que la presión en el exterior del elemento 11 de filtro, en la fase de lechada, para forzar el transporte de la cera del producto LTFT líquida filtrada a través del elemento 11 de filtro para soltar la torta de filtro acumulada.

Después de que se ha completado la etapa de retroflujo, se cierra la válvula 86 de retroflujo, y se abren la válvula 31 del conducto de comunicación y la válvula 33 del conducto de salida de elemento de filtro, pudiendo ser reanudados el filtrado y enjuagado combinados.

Cualquier persona experta en la materia podrá entender que diferentes combinaciones de las realizaciones descritas en lo que antecede, son posibles dentro del alcance de la invención.

Se comprenderá que la descripción, así como los ejemplos ilustrativos que siguen, se proporcionan para ayudar al experto en la materia a entender la invención, y no se pretende que sean interpretados como indebidamente limitativos de un alcance razonable de la invención.

La invención va a ser descrita ahora en los ejemplos que siguen:

45 Ejemplo 1

En este primer ejemplo, se utilizó un reactor de lechada de tres fases LTFT, de 2,7 m de diámetro interno y una altura de 28 m, y con un procedimiento de filtrado conforme a la presente invención, instalado en una realización como la ilustrada en la Figura 5.

La instalación incluía una pluralidad de elementos de filtro huecos, cerrados por ambos extremos, sumergidos con orientación vertical en la lechada. Los elementos de filtro estaban ubicados por grupos de elementos de filtro. Los medios de filtro de los elementos de filtro estaban fabricados a partir de malla de alambre trenzado de acero inoxidable, que tenía un tamaño medio de poro de 70 μm . La concentración de partículas de catalizador en la lechada, en este experimento, era de un 8% en peso, con una distribución de tamaño de partícula como se indica a continuación:

< 100 μm 95% en vol.

< 70 μm 50% en vol.

< 25 μm 10% en vol.

< 5 μm 3% en vol.

La presión del reactor de lechada LTFT era de 1600 kPag. Durante la etapa de filtrado, se aplicó un diferencial de presión de filtrado de 0,01 - 100 kPa a través de los elementos de filtro y de las tortas de filtro acumuladas sobre la parte externa de los elementos de filtro, para obtener y extraer un filtrado desde el interior de los elementos de filtro. Para un grupo de elementos de filtro, la etapa de filtrado estuvo seguida de una etapa de enjuagado mediante carga en el interior

ES 2 333 473 T3

de los elementos de filtro de este grupo de elementos de filtro, de un líquido de enjuagado que comprende productos LTFT condensados. La velocidad de flujo del líquido de enjuagado estuvo controlada por la presión diferencial entre el reactor LTFT y el recipiente para el suministro de líquido de enjuagado y de líquido de retroflujo.

5 La etapa de enjuagado estuvo seguida de una etapa de retroflujo mediante aplicación de un diferencial de presión de retroflujo de 500 kPa entre el reactor LTFT y el recipiente para el suministro de líquido de enjuagado y de líquido de retroflujo, para forzar el líquido de retroflujo que comprende los productos LTFT condensados, en dirección opuesta a través de los medios de filtro, para soltar las tortas de filtro. Se permitió que el líquido de retroflujo circulara hacia los elementos de filtro durante 1 a 5 segundos. A continuación, se utilizó un flujo de gas inerte como pulso de retroflujo
10 adicional a través de los elementos de filtro durante 0,5 a 10 segundos. Después de la etapa de retroflujo, se inició una nueva etapa de filtrado.

El procedimiento descrito anteriormente fue repetido para cada uno de los grupos de elementos de filtro.

15

Ejemplo 2

En este ejemplo, se utilizó un reactor de lechada de tres fases LTFT, de 55 mm de diámetro interno y una altura de 5 m, y con un procedimiento de filtrado de acuerdo con la presente invención, instalado en una realización como la ilustrada en la Figura 9. La instalación incluía un único elemento de filtro hueco, cerrado por ambos extremos,
20 sumergido con orientación vertical en la lechada. Los medios de filtro del elemento de filtro estaban fabricados a partir de malla de alambre trenzado de acero inoxidable, que tenía un tamaño medio de poro de $70 \mu\text{m}$. La concentración de partículas de catalizador en la lechada de este experimento fue de un 12% en peso, con una distribución de tamaño de partícula según se indica a continuación:

25

< $100 \mu\text{m}$ 95% en vol.

< $70 \mu\text{m}$ 50% en vol.

30

< $25 \mu\text{m}$ 10% en vol.

< $5 \mu\text{m}$ 3% en vol.

La presión del reactor de lechada LTFT fue de 2000 kPag. Durante la etapa de filtrado, se aplicó un diferencial de presión de filtrado de 0,01 - 30 kPa a través del elemento de filtro y de la torta de filtro acumulada por fuera del elemento de filtro, para obtener y extraer un filtrado desde el interior del elemento de filtro. La etapa de filtrado estuvo seguida de una etapa de enjuagado, mediante carga en el interior del elemento de filtro de un líquido de enjuagado que comprendía cera LTFT líquida filtrada reciclada. La cera LTFT líquida filtrada reciclada fue desgasificada en un recipiente de almacenaje con anterioridad al reciclado. La velocidad de flujo del líquido de enjuagado estuvo controlada por medio de una válvula de control situada en el conducto con anterioridad al elemento de filtro. La velocidad de flujo utilizada estuvo en la gama de un 10-50% de la velocidad de filtrado, y fue aplicada durante 5 a 60 segundos.

La etapa de enjuagado estuvo seguida de una etapa de retroflujo mediante aplicación de un diferencial de presión de retroflujo de 80 kPa entre el reactor LTFT y el recipiente de almacenaje, por presurización del recipiente de almacenaje, para forzar un retroflujo de la cera TFT líquida filtrada reciclada en dirección opuesta a través de los medios de filtro, para soltar la torta de filtro. La velocidad del flujo de retroflujo fue al menos el doble de la velocidad del flujo de filtrado, típicamente del orden de 10,000 - 20,0000 $\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$.

50 Se permitió que la cera líquida de retroflujo circulara hacia el elemento de filtro durante 3 a 20 segundos. A continuación, se igualó la presión en el recipiente de almacenaje y en el reactor LTFT, y se pudo iniciar una nueva etapa de filtrado.

En la Figura 11 se proporcionan las velocidades de flujo (en $\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$) de 20 ciclos de filtrado, enjuagado y retroflujo de este experimento. En la Figura 11 se muestran dos curvas. Una curva muestra el flujo real mientras que la otra muestra el flujo medio durante un período de 30 minutos. La curva que muestra el flujo real muestra que el flujo real dentro de cada ciclo es muy alto inmediatamente después de la etapa de retroflujo, y que el flujo real va decreciendo a lo largo de la secuencia de filtrado. La curva que muestra el flujo medio por encima de 30 minutos, muestra que el flujo medio dentro de cada secuencia de filtrado es constante, lo que indica que no existen pérdidas aparentes de capacidad de filtrado con el tiempo.

65

ES 2 333 473 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento de separación de líquido desde una columna (1) de burbujeo de lechada de tres fases, cuyo procedimiento incluye las etapas de:
- 10 a) aplicar un diferencial de presión de filtrado a través de medios de filtrado de un elemento (11) de filtro hueco y de cualquier torta de filtro acumulada por el exterior de dicho elemento (11) de filtro, para obtener y extraer un filtrado desde el interior del elemento (11) de filtro,
 - 15 b) en paralelo o a continuación: cargar el interior del elemento (11) de filtro con un fluido de enjuagado, para limpiar el interior del filtro (11) en cuanto a partículas disgregadas de catalizador;
 - c) aplicar un diferencial de presión de retrolavado opuesto al diferencial de presión de filtrado, para forzar un fluido de retroflujo en dirección opuesta a través de los medios de filtro, para desalojar la torta de filtro acumulada.
- 20 2. Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 1, en el que una o más de las etapas son etapas repetitivas.
3. Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 1 o en la reivindicación 2, en el que el interior del filtro (11) se carga con fluido de enjuagado cuando la velocidad de enjuagado ha alcanzado un nivel bajo predeterminado, o después de un tiempo predeterminado.
- 25 4. Un procedimiento según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa de aplicar presión de retroflujo sigue, después de un tiempo predeterminado, a la etapa de cargar el interior del filtro (11) con fluido de enjuagado.
- 30 5. Un procedimiento según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la presión de carga del fluido de enjuagado cuando se carga el interior del elemento (11) de filtro, es inferior o similar a la presión en el exterior del elemento (11) de filtro, en la fase de lechada.
- 35 6. Un procedimiento según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el fluido de enjuagado consiste en cualquier líquido hidrocarburo esencialmente libre de partículas disgregadas.
7. Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 6, en el que el fluido de enjuagado se elige a partir de productos líquidos procedentes de una reacción de Fischer-Tropsch.
- 40 8. Un procedimiento según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el volumen del líquido de enjuagado se selecciona de modo que sea similar o mayor que el volumen interno del elemento (11) de filtro.
- 45 9. Un procedimiento según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el filtro (11) se carga de una manera turbulenta para incrementar la suspensión de las partículas disgregadas en el fluido de enjuagado.
- 50 10. Un procedimiento según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que incluye la etapa de extraer y dirigir líquido de enjuagado junto con cualesquiera partículas disgregadas suspendidas en el mismo, hasta un recipiente (24) de líquido de enjuagado para su procesamiento adicional.
- 55 11. Un procedimiento según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa de cargar el interior del elemento (11) de filtro con fluido de enjuagado se repite una o más veces con anterioridad a la etapa de retroflujo.
- 60 12. Un procedimiento según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura del fluido de enjuagado y del fluido de retroflujo se selecciona de modo que sea suficientemente alta como para evitar la condensación de agua en la fase de lechada, en las proximidades del elemento (11) de filtro.
- 65

Figura 1

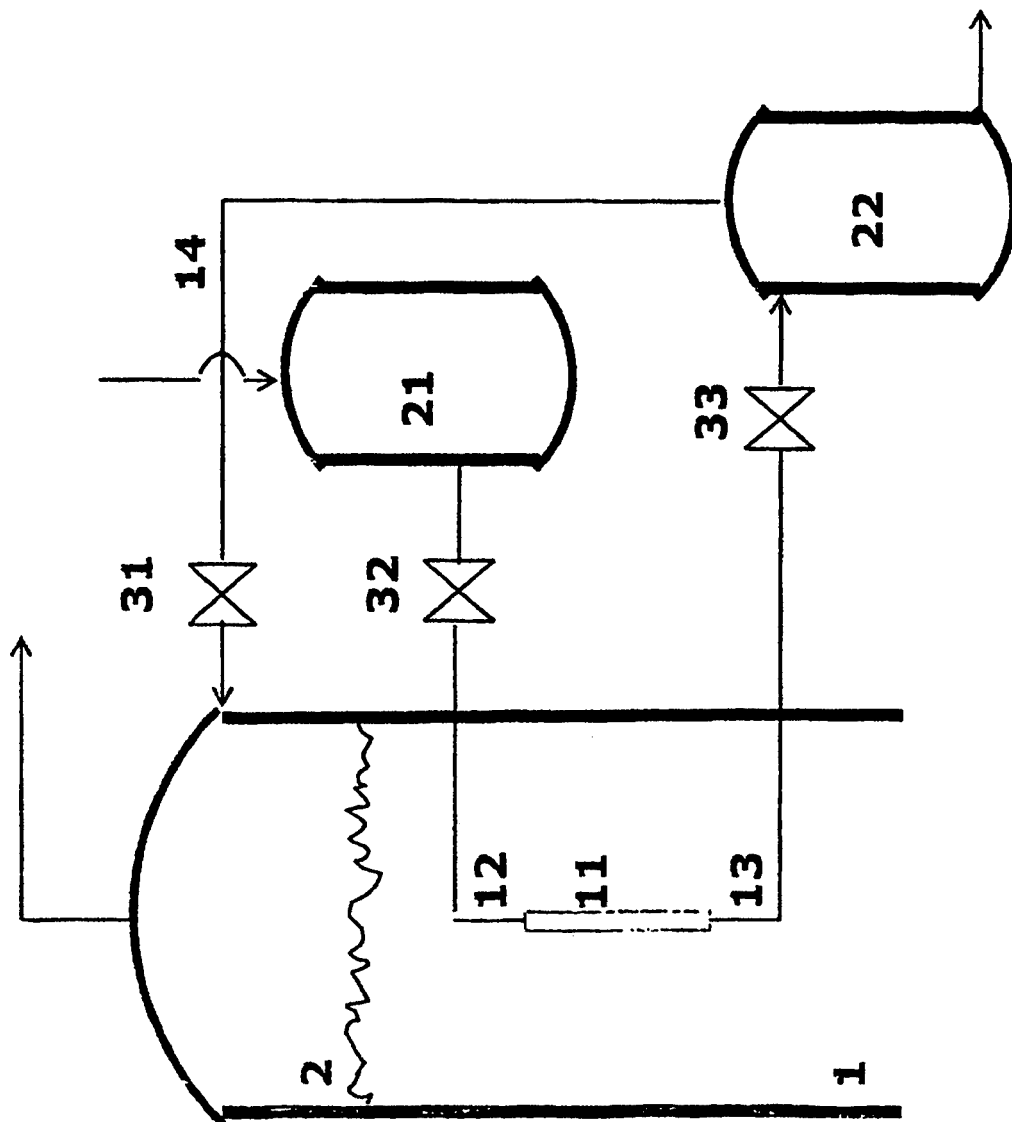


Figura 2

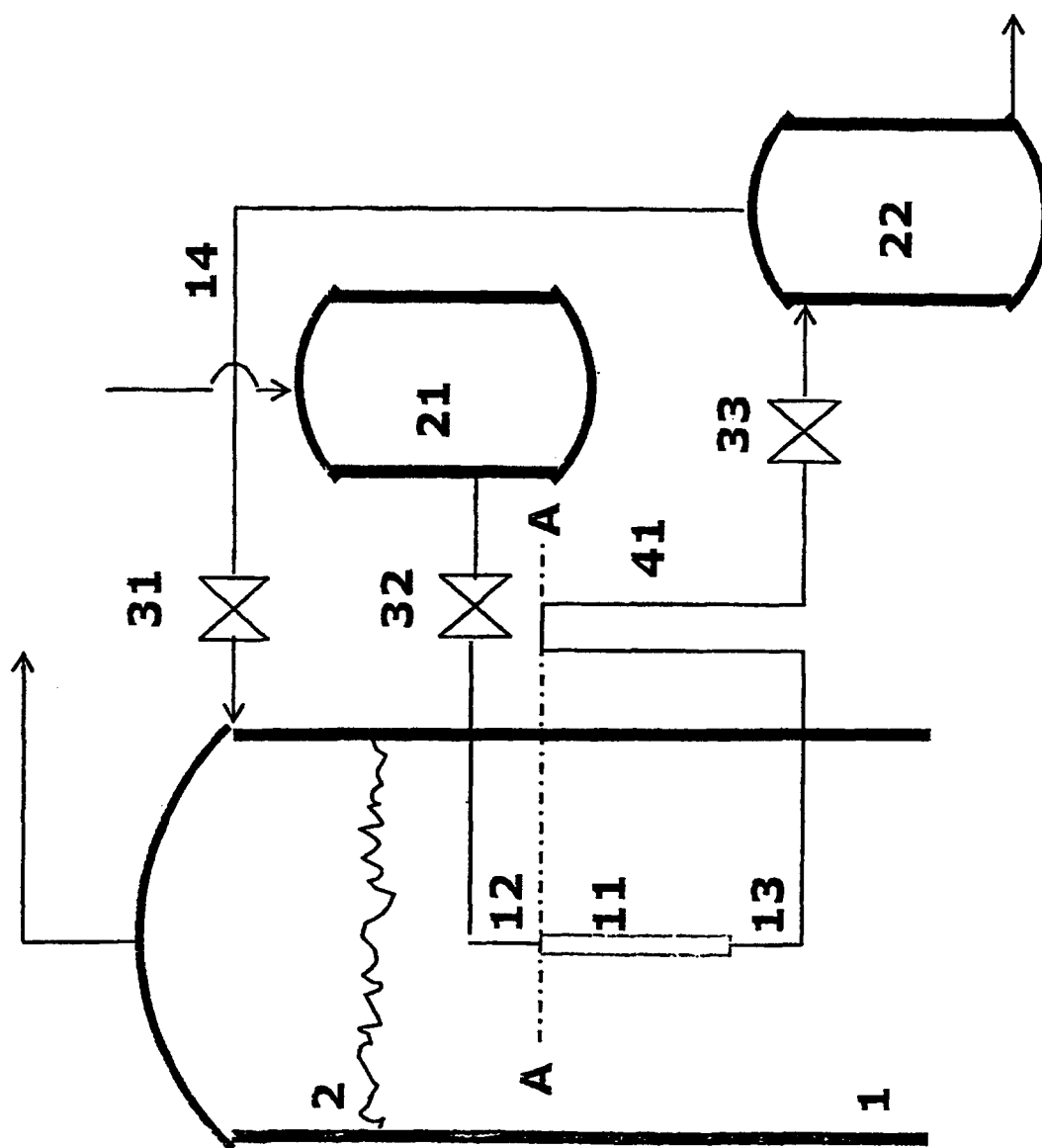


Figura 3

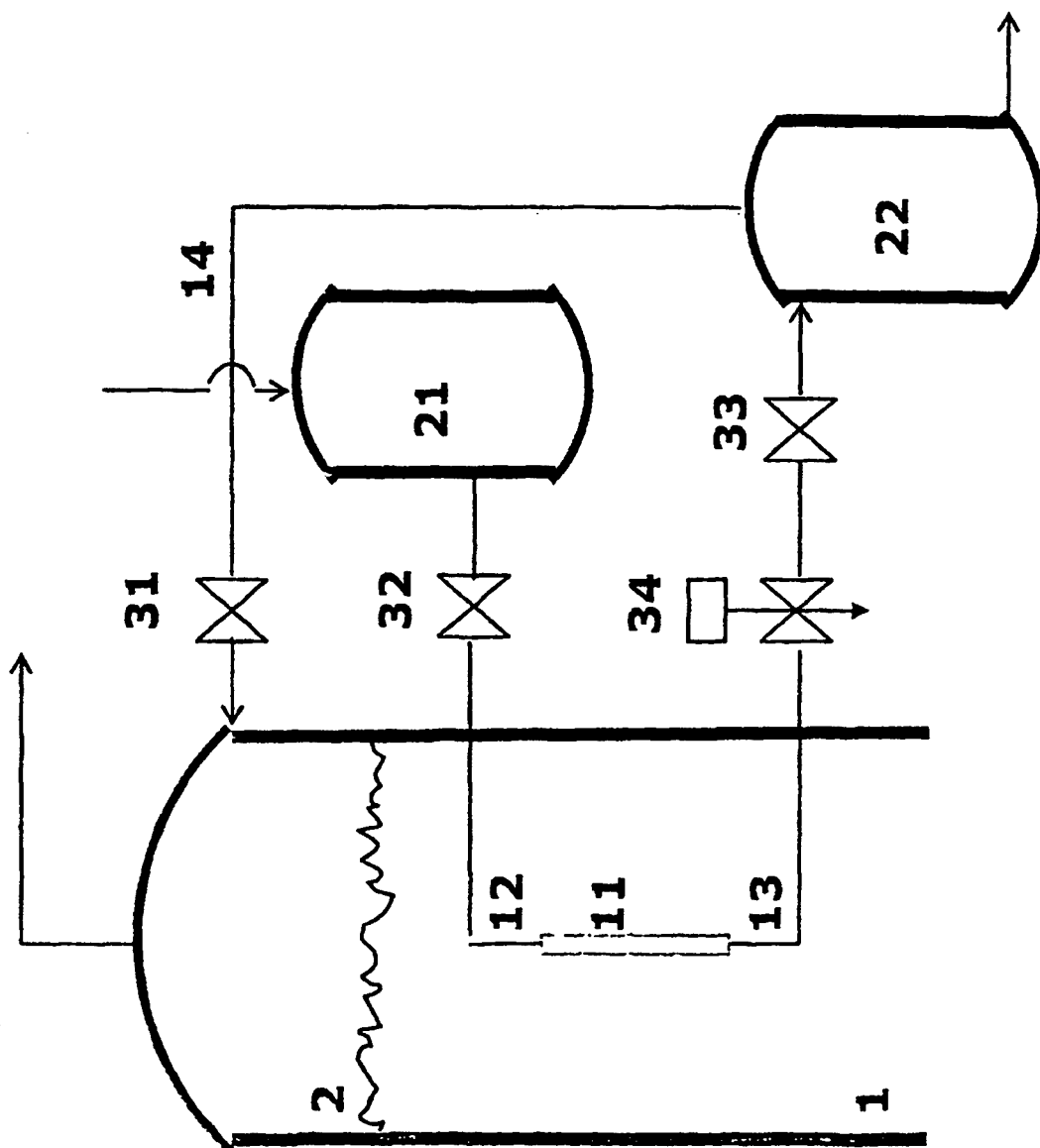


Figura 4

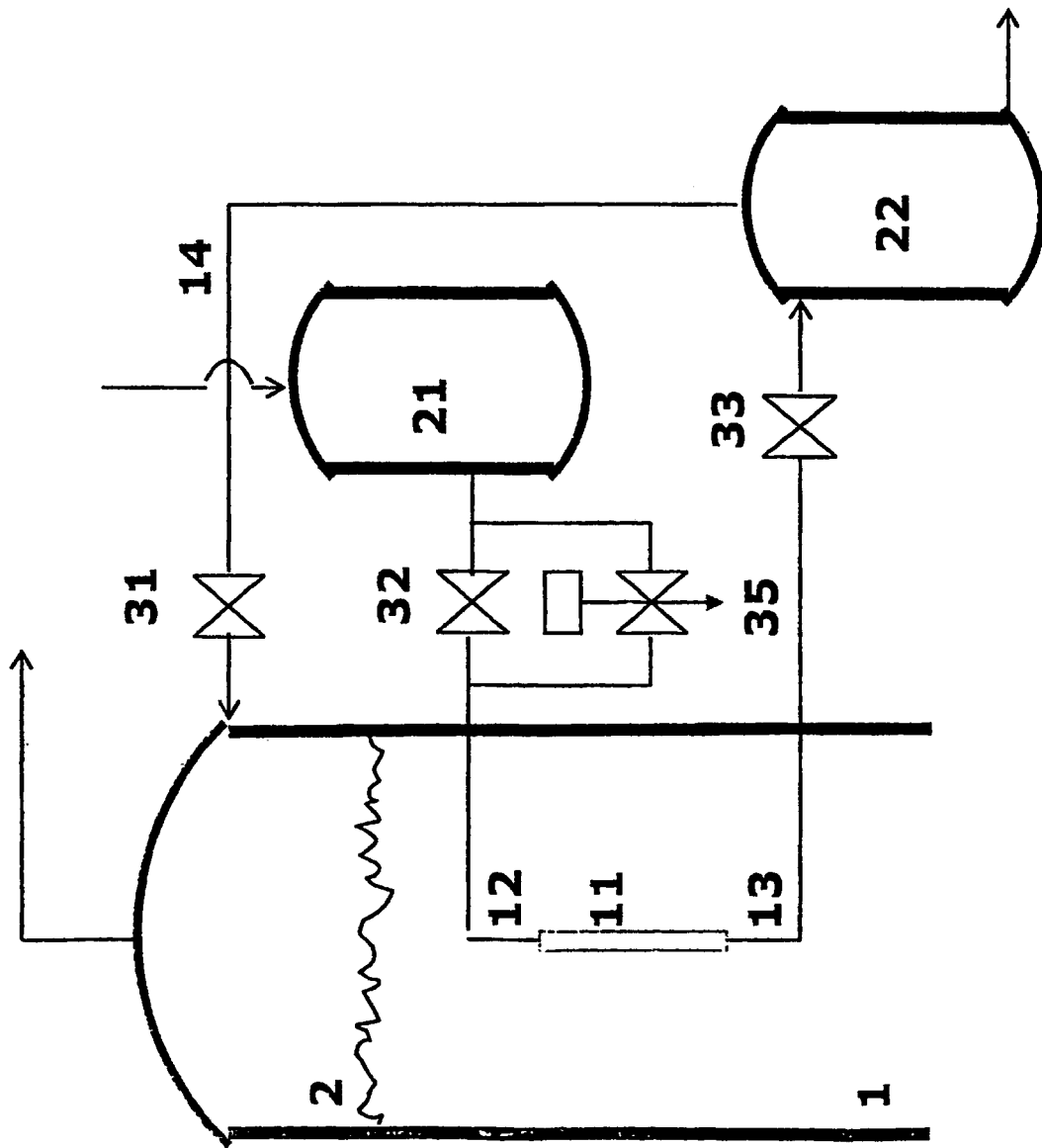


Figura 5

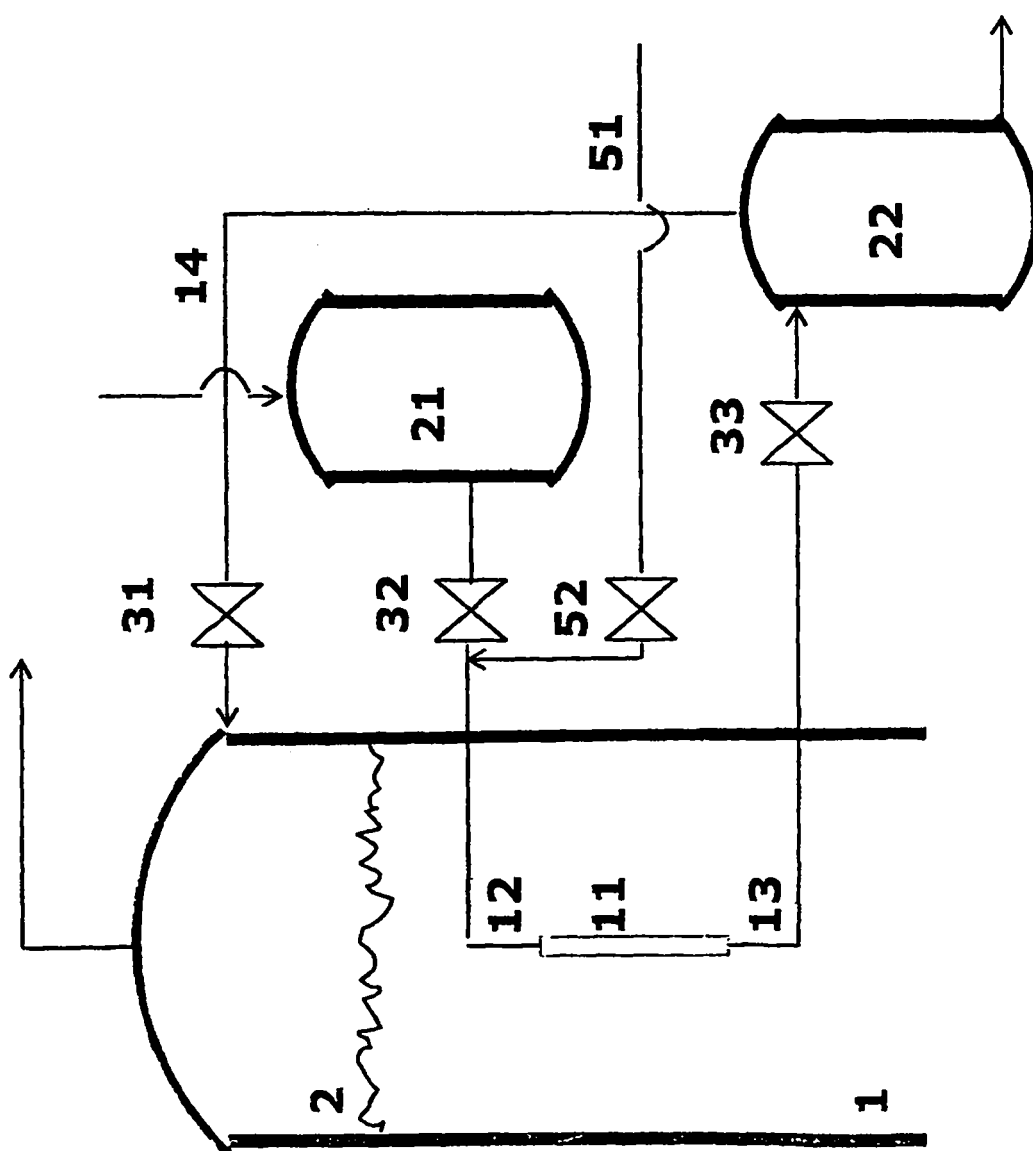


Figura 6

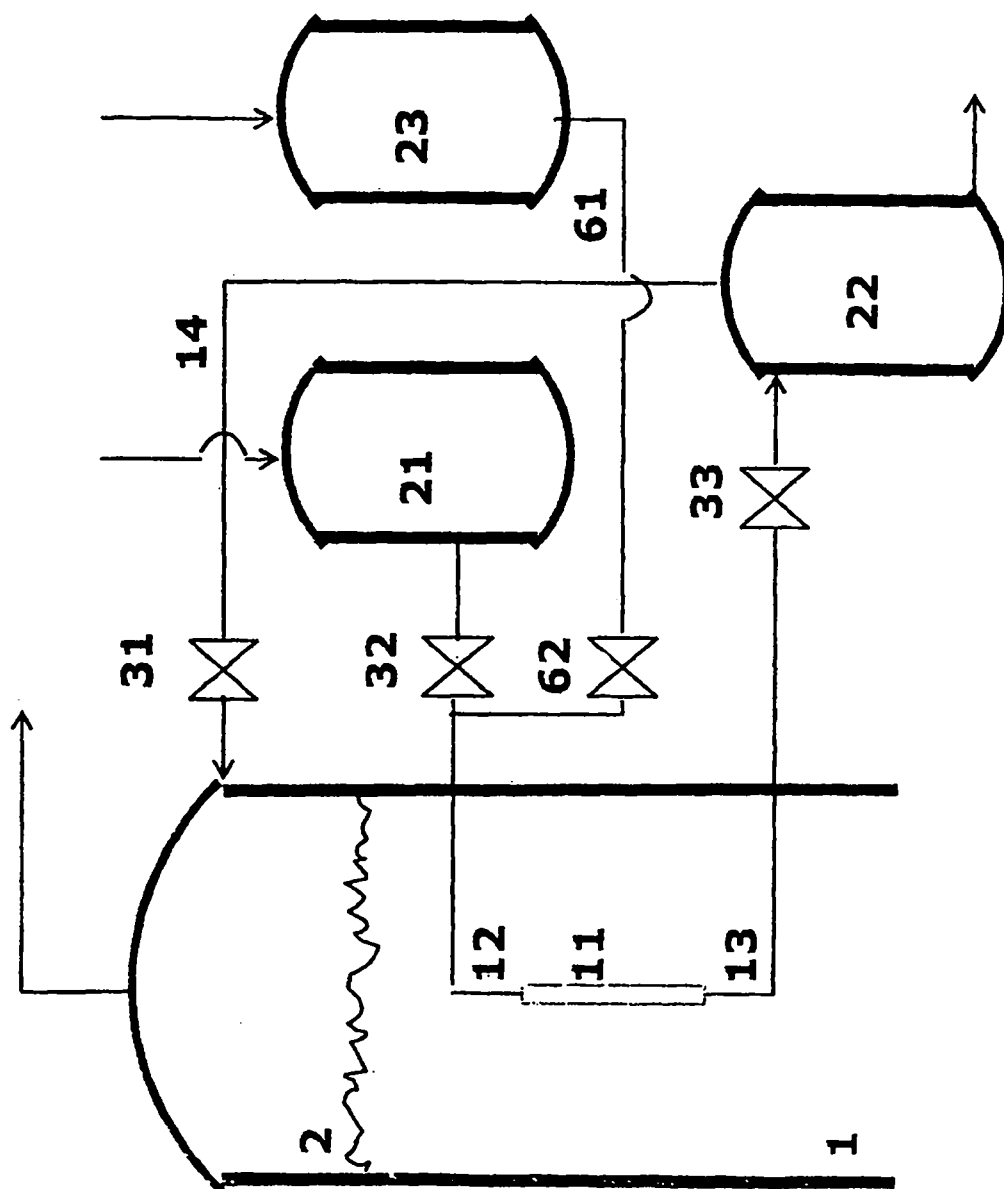
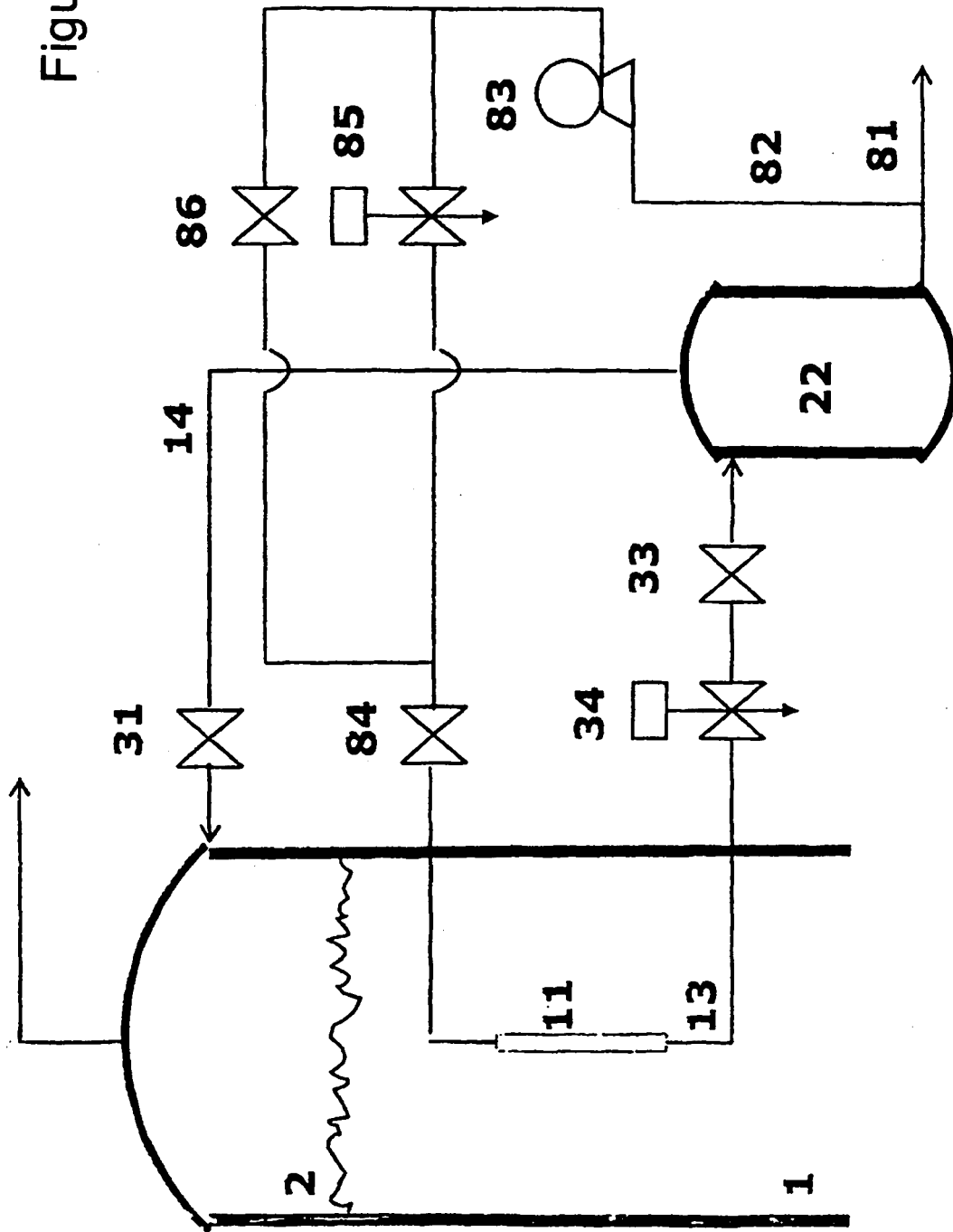


Figura 8



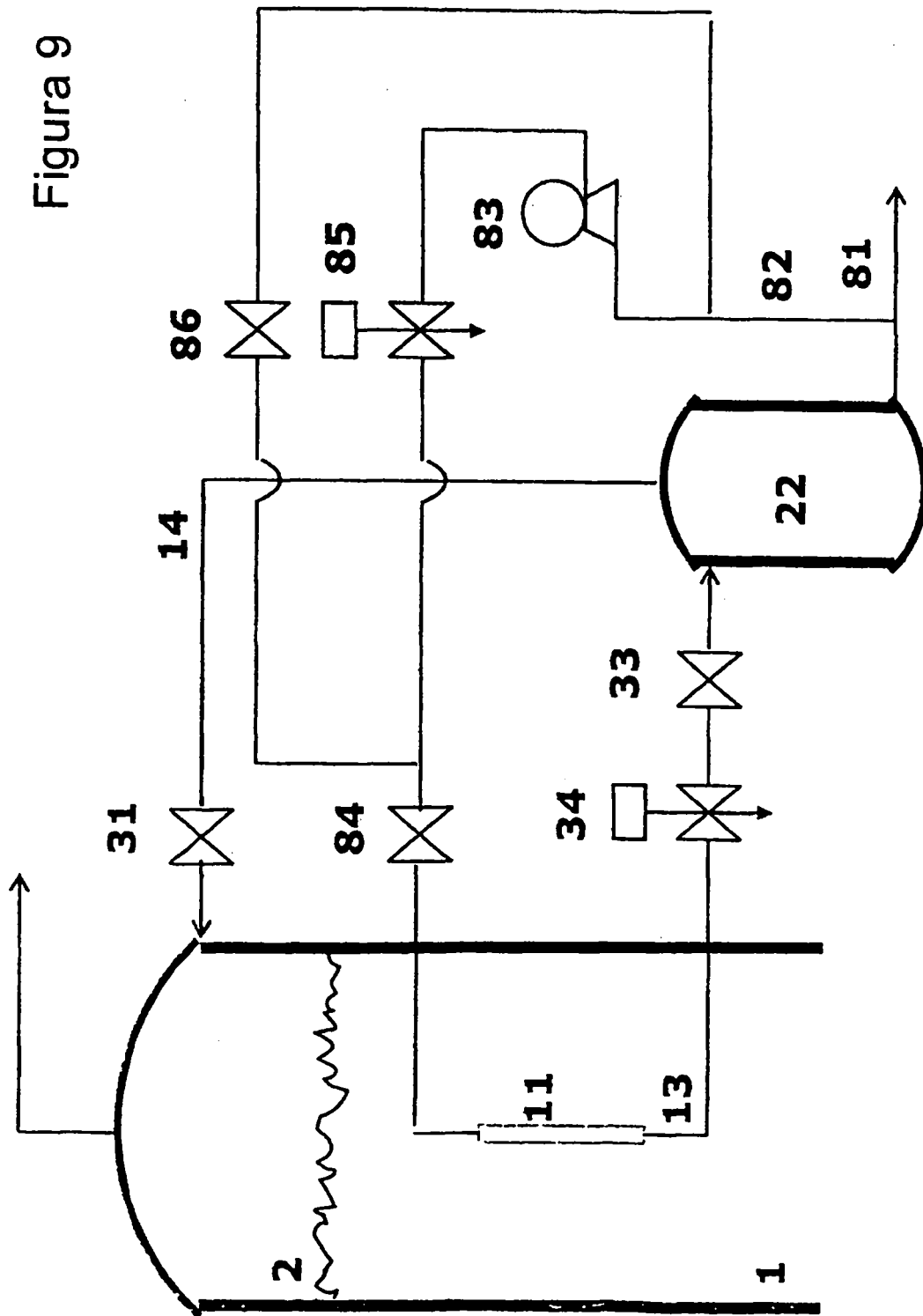


Figura 10

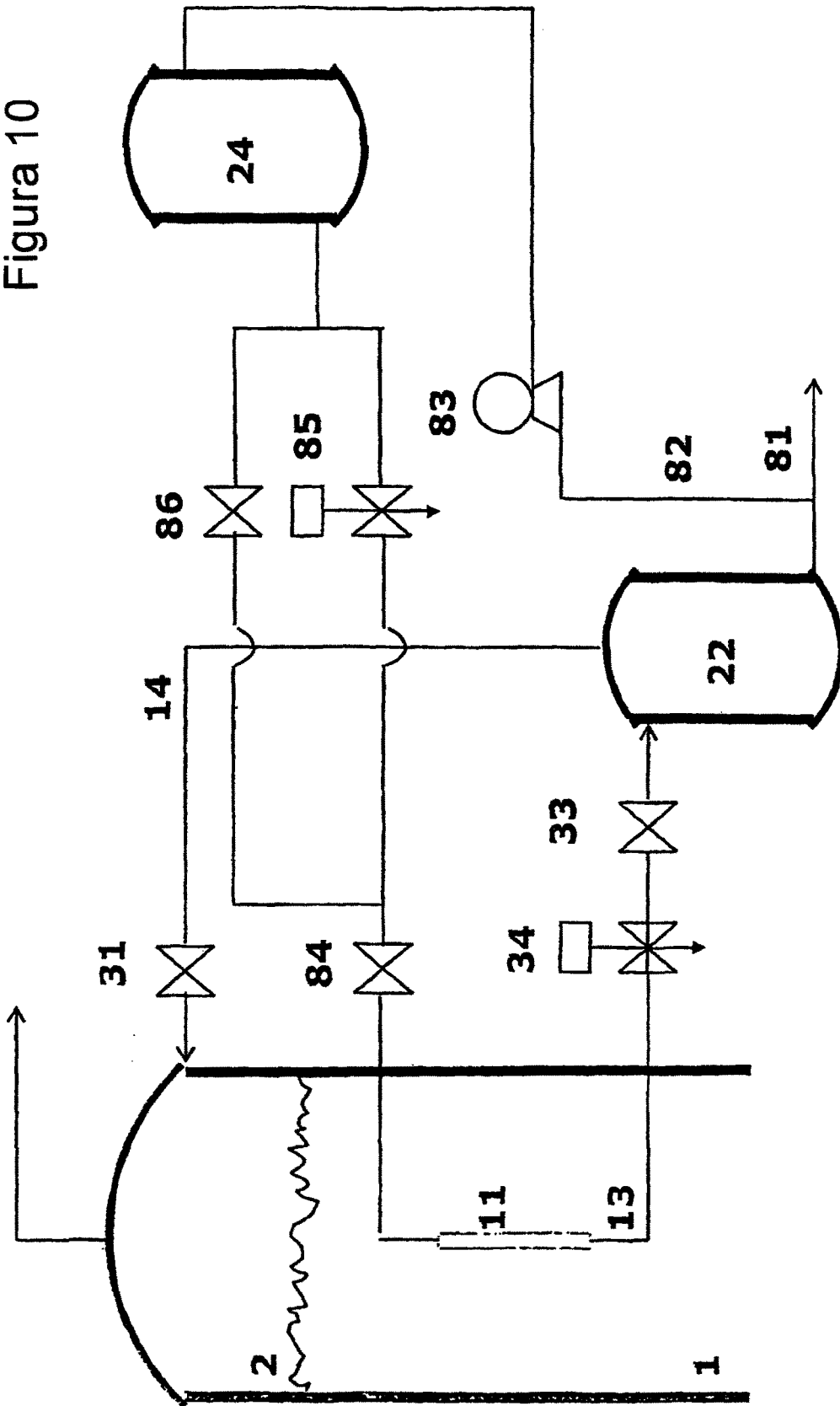


Figura 11

