

Patente Española

MEMORIA

descriptiva sobre *"Un procedimiento perfeccionado para el lavado y purificación de gases."*

POR

The Koppers Company

DE

Pittsburgh,
Estado de Pennsylvania

Estados Unidos de América



El presente invento se relaciona con un procedimiento para la eliminación de sulfuro de hidrógeno, o sea hidrógeno sulfurado y otras impurezas contenidas en los gases combustibles como por ejemplo, el gas de hulla, el gas de agua y sus similares mediante purificación líquida, empleando una suspensión de un compuesto de hierro en un líquido alcalino, el cual se puede regenerar, mediante aereación o inyección de aire para poderle utilizar de nuevo, realizándose las distintas fases del procedimiento por medio del aparato que se describirá más adelante.

Las finalidades principales del invento son el activar la purificación del gas y facilitar la separación de azufre elemental del líquido de lavado después de haber sido transferido a este último desde el gas.

Consiste el invento en mantener el líquido cuando entra en la etapa del lavado a una temperatura de 30° C por lo menos y en emplear, además un compuesto de hierro pulverizado tan finamente que resulte casi impalpable, en la preparación del líquido purificador.

Para la realización práctica de éste procedimiento nos servimos de un aparato que comprende un absorbedor o scrubber en el que el sulfuro de hidrógeno, es expulsado del gas mediante lavado un aereador para regenerar o recuperar el líquido de lavado gastado y un calentador para calentar el líquido regenerado que pasa desde el aereador o inyector de aire al absorbedor.

Procederemos ahora a describir el invento por vía de ejemplo y con referencia a los dibujos que se acompañan en los cuales:

La Fig. 1 es un alzado de una instalación completa para la realización del procedimiento.

La Fig. 2 es una planta de la instalación.

Las Figs. 3, 4 y 5, son vistas de detalle, siendo las Figs. 3 y 4, cortes por la línea A-A de la Fig. 1, y la Fig. 5 otro corte a través del absorbedor o lavador, pero por



la línea B-B de la Fig. 1.

En los dibujos, 1 indica un absorbedor o lavador o scrubber del tipo saturador, dentro del cual entra el gas en estado bruto o crudo por un tubo de admisión 2.

La región inferior de la torre de absorción o scrubber vá provista de una série de tubos 4, denominados "tubos crackers", a los cuales es enviado el gas por un dispositivo de distribución 3. El gas borbotea a través de la masa del líquido donde vá sumergidos estos tubos cracker, y luego dá la vuelta subiendo alrededor de un tabique de choque 5, atravesando la región superior de la torre de absorción que podrá estar rellena de cañizos 7.

Con arreglo al presente invento el tabique de choque 5 es concéntrico con la torre y afecta forma cónica; sirve para evitar que el rocío procedente del departamento de borbotación salpique sobre el cañizo, aparte de que también tiene otras aplicaciones útiles, tales como la captación y desviación del líquido del encañizado a fin de que vaya escurriendo y bañando los costados del absorbedor bajando por ellos y eliminando cualquier cantidad de materia sólida que sobre ellos llegara a depositarse. El tabique de choque vá sostenido por medio de unas patillas o pies 6 unidas a un hierro escuadra 6^a, que vá sujeto a la pared de la torre.

Es potestativo reemplazar los cañizos por cualquier otro tipo de material de relleno, o bien suprimirlos en absoluto.

En efecto, esta forma especial de scrubber o torre de lavado no es esencial para la realización práctica del presente invento, pues se puede substituir por otras clases de scrubber, como por ejemplo, el aparato que se describe en la memoria que acompaña a nuestra solicitud de patente que se presenta con esta misma fecha referente a un aparato análogo y señalada caso SGLC.

El gas del cual se hayan eliminado las impurezas



escapa, después de pasar por el líquido circulante, por el tubo 8.

El líquido que absorbe las impurezas del gas, entra en la parte alta de la torre de absorción por un tubo 9 y es distribuido por unos pulverizadores o rociadores 10. La operación se lleva a cabo de tal modo que la parte inferior del absorbedor se mantenga en parte llena del líquido, cuyo nivel se regula por medio de un disco 11 que tiene una abertura excéntrica, el cual aparece en diferentes posiciones en las figuras 3 y 4. El líquido sale por los tubos 12, 13, 14 y 15, después de pasar por la abertura del disco 11, yendo a parar a un separador 16 de donde es enviado de nuevo a la torre de absorción por un tubo 17, Las bridas 18 ván ordinariamente simuladas o ciegas para evitar que pase el líquido en derivación.

El líquido baja luego por un tubo 19 a un cierre hidráulico 20 que tiene un grifo de purga 21. El tubo 13 tiene comunicación directa con el tubo 19, y en la parte que establece dicha comunicación hay dispuesta una llave de paso 22, que se mantiene ordinariamente cerrada, pero que puede abrirse de vez en cuando para evacuar cualquier sedimento acumulado. En el casco de la torre hay dispuesto un agujero de hombre o boca 23 para poder tener acceso a las tuberías.

Desde el cierre hidráulico 20 pasa el líquido por un dispositivo de tubos de distribución 24 que lo distribuyen por unas válvulas 25 a los diferentes compartimientos del aereador o "tionizador". Desde éste aparato pasa el líquido por otro distribuidor 26, y desde éste punto, con arreglo al presente invento es elevado por los tubos 27 y 28, impelido por la bomba 29 que le hace pasar por un calentador 30, para volver luego de nuevo a la torre de absorción. El tanque o cisterna de tionización 31, tiene varios compartimientos 32 cada uno de los cuales, podrá contener uno o más de los aereadores o inyectores de aire de forma tubular 33, pudiendo estos elementos tubulares ir dispuestos, bien sea en sentido



longitudinal o transversal. Comunican dichos tubos con un distribuidor de aire 34, siendo la construcción y funcionamiento de estos aereadores tubulares en un todo con arreglo al invento que se describe en la memoria que acompaña a nuestra solicitud de patente de ésta misma fecha, señalada caso GSFA.

En el dibujo, el tanque aparece sustentado sobre una plataforma 35, y tiene formada una depresión 36, donde vá alojado un tubo de aire perforado 37 y unos conductos de salida 38. El azufre se vá acumulando en la referida depresión 36 y, con arreglo a este invento es evacuado o extraído en forma de sedimento o lodo descargándole en una gamella o artesa 39, desde la cual pasa a una centrífuga 40. El líquido drenado en la centrífuga se recoge en un sumidero 41, de donde una bomba 42 lo envía de nuevo al tanque de tiorización. En vez de extraer el azufre en esta forma se podrán retirar periódicamente del sistema circulatorio partes de la suspensión en las que se haya acumulado el azufre enviándolas a la centrifugadora. El azufre bruto podrá ser sometido a tratamiento para separar de él cualquier cantidad de óxido de hierro que pudiera contener, óxido que luego podrá volver al sistema.

El tubo de aire perforado 37 se utiliza para mantener el barro de azufre en suspensión durante aquellos periodos en que no se desée retirar o extraer parte alguna de éste barro de azufre del sistema circulatorio.

La depresión 36 que presenta el tanque o cuba 31 es una disposición muy ventajosa para ir recogiendo el azufre puesto que éste está libre de las burbujas de aire de los tubos de aereación que tienden a mantener el azufre en suspensión. La artesa o canaleta 39 podrá ir equipada de unos raspadores mecánicos para enviar el azufre a la centrifugadora. Esta centrifugadora o centrífuga puede ser reemplazada ventajosamente por un filtro. Asimismo, en vez de emplear el calentador 30 se podrán emplear otros medios o dispositivos para calentar la solución; así, por ejemplo, se podrá calentar bien sea el gas que entra en la torre de absorción o el aire que entra en



el tionizador. En los compartimientos de éste último, se podrán colocar directamente medios calentadores. El calentamiento del líquido podrá ser activado añadiendo vapor directamente a la solución, y esto se podrá hacer en combinación con el funcionamiento del calentador 30, de tal manera que el vapor condensado directamente en la solución sea suficiente para compensar perdidas por evaporación.

El agente más indicado para eliminar el hidrógeno sulfurado del gas es óxido férrico hidratado finamente pulverizado y puesto en suspensión en una solución de carbonato de sodio. El óxido férrico hidratado, podrá ser reemplazado por otros compuestos de hierro, análogos, que reaccionen sobre el sulfuro de hidrógeno, pudiendo emplearse para el caso compuestos tales como carbonato férrico, hidróxido férrico, sulfuro férrico, carbonato ferroso o hidróxido ferroso. Ahora bien, cuando se empleen compuestos ferrosos se deberán añadir a la suspensión en el momento antes de someterla al necesario tratamiento oxidante, porque si se deja que semejantes compuestos ferrosos se pongan en contacto con el hidrógeno sulfurado antes de quedar oxidados al estado férrico llegarían a formar sulfuro ferroso que se presta mucho menos a la oxidación que el sulfuro férrico.

En la memoria descriptiva que acompaña a la solicitud de patente presentada por los recurrentes con fecha 12 de Junio de 1925, señalada caso SEHS, y en la memoria descriptiva que acompaña a la solicitud de patente presentada por los mismos con fecha 19 de Junio de 1925, señalada caso SEHS bis, se hace hincapié sobre el empleo de un compuesto de hierro recién precipitado en un procedimiento con idéntico objeto, como también se hace en la solicitud de patente presentada con fecha 4 de Agosto de 1925, señalada caso SCLP, y además se ponía de manifiesto el hecho de que el óxido de hierro natural es relativamente menos activo de lo que se necesita, y que hasta el mismo material precipitado preparado y almacenado o conservado durante algún tiempo, pierde algo de su eficacia. Ahora se ha venido en conocimiento del hecho de que si óxidos



naturales tales como el peróxido de hierro hidratado llamado también limonita, se pulveriza a un grado sumamente fino, por ejemplo, moliéndolos en un molino de bolas, de tal manera que la materia pulverizada pueda pasar en su totalidad por un tamiz de 80 mallas por centímetro y que si ésta materia pulverizada se emplea en suspensión en una solución alcalina y a una temperatura que no baje de treinta grados centígrados, se obtendrán excelentes resultados, tanto en lo que respecta a la eliminación del sulfuro de hidrógeno como a la regeneración o recuperación de la suspensión. Además, aquellos compuestos de hierro precipitados que hubieren llegado a perder mucho de su actividad por haber estado almacenados o conservados durante largo tiempo, se podrán de este modo pulverizar finamente y utilizarse en suspensión calentada obteniéndose excelentes resultados. Así, por ejemplo, citaremos el hecho de haberse utilizado el óxido de hierro que es uno de los subproductos de la fabricación de anilina. Este material, al ser pulverizado en un molino de bolas por espacio de unas 8 horas y de tal suerte que pueda pasar en su totalidad a través de un tamiz de 80 mallas por centímetro dará excelentes resultados al ser empleado en la suspensión en caliente como queda descrito.

En la memoria que acompaña a nuestra solicitud de patente de fecha 4 de Agosto de 1925, señalada caso SCLP, y en parte de la memoria descriptiva que acompaña a otra de nuestras solicitudes de patente que se presentan con esta misma fecha y que se señala caso SGLC, se describe la manera de eliminar el azufre libre de la suspensión en la fase de oxidación, en forma de masa espumosa. Ahora bien, este método de eliminación o separación adolece de determinados inconvenientes, puesto que la espuma que se forma es muy voluminosa y se necesita manipular una gran cantidad de ella para poder producir una cantidad de azufre relativamente pequeña, lo cual requiere el empleo de aparatos de mayores dimensiones o capacidad de lo que sería necesario si el azufre se pudiese recoger o eliminar en forma más concentrada.

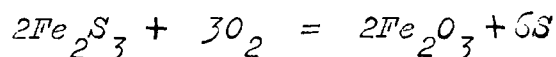


El empleo de la suspensión en estado caliente con arreglo al presente invento elimina la producción de espuma de tal suerte que el azufre se podrá recuperar por sedimentación en forma de lodo relativamente denso que será muy fácil de filtrar o centrifugar. El óxido de hierro pulverizado se deberá añadir de vez en cuando al sistema con objeto de mantener el 1% próximamente de Fe_2O_3 en suspensión. Sin embargo, este porcentaje podrá variar considerablemente, habiéndose empleado en la práctica desde 0.2 a 3.0% de Fe_2O_3 . Cuando se emplea una sola torre o scrubber la alcalinidad del líquido en el sistema se suele mantener en la equivalente de 3% de carbonato de sodio próximamente. Si las circunstancias lo aconsejan se podrán emplear varios absorbedores haciendo funcionar el primero de ellos a un grado de alcalinidad muy bajo. Las reacciones que llevan a efecto la eliminación del hidrógeno sulfurado y la formación de azufre libre son esencialmente las siguientes: ^{en} el absorbedor el sulfuro de hidrógeno reacciona con el álcali, que habrá de ser preferentemente carbonato de sodio, del líquido de lavado formando hidrosulfuro de sodio, ($H_2S + Na_2CO_3 = NaHS + NaHCO_3$). El hidrosulfuro de sodio reacciona con el óxido férrico y el bicarbonato de sodio contenidos en el líquido, ($3NaHS + 3NaHCO_3 + Fe_2O_2 = 3Na_2CO_3 + Fe_2S_3 + 3H_2O$). El sulfuro de hidrógeno podrá también reaccionar con el bicarbonato de sodio, o directamente con el óxido férrico y se podrá formar carbonato férrico y entrar en las reacciones, mas el hecho importante es la producción de sulfuro férrico, a cuyo efecto es de necesidad que se empleen compuestos férricos, pero de emplearse compuestos ferrosos en el sistema deberán, en la medida de lo posible ser oxidados al estado de compuestos férricos antes de ser introducidos en la torre de absorción. En su consecuencia, cuando se emplea compuesto o compuestos ferrosos se introducen directamente en los compartimientos del tionizador, cerca del conducto de entrada de la solución.

En los compartimientos del tionizador la reacción



esencial es la siguiente:



Una parte o la totalidad del óxido férrico podrá ser hidratado por reacción con agua y podrán también formarse carbonato férrico o carbonato básico.

Se ha podido observar que la reacción entre el hidrosulfuro de sodio y el óxido férrico y la reacción entre el sulfuro férrico y el oxígeno se pueden activar en una gran medida manteniendo la solución a una temperatura de 30° C y aun un poco mayor. Por ejemplo, en aparatos para trabajar en gran escala industrial y con capacidad para purificar 30.000 m³ de gas en un espacio de 24 horas a esta temperatura la capacidad quedó reducida a menos de 15.000 m³ por 24 horas, cuando se rebajó la temperatura a 15° C. Otra de las observaciones hechas por los recurrentes es la de que cuanto más elevada sea la temperatura menor cantidad de aire se requiere para efectuar la oxidación del sulfuro férrico disminuyendo también considerablemente el tiempo durante el cual habrá de mantenerse la suspensión en la fase o etapa de oxidación.

Prácticamente la totalidad del ácido hidrocianico contenido en el gas queda también eliminada por el procedimiento con arreglo a éste invento.

N O T A .

Habiendo ya descrito y detallado con toda amplitud la naturaleza de nuestro invento así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, debemos hacer constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones en sus dimensiones y detalles sin que por ello se altere el principio fundamental del invento y lo que constituye la esencia del mismo y por lo que solicitamos patente de invención por veinte años en España es por:
"Un procedimiento perfeccionado para el lavado y purificación



de gases"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Por un procedimiento en que se elimina el sulfuro de hidrógeno y otras impurezas de los gases combustibles, consistiendo dicho procedimiento en lavar el gas con un líquido alcalino que contenga un compuesto de hierro, con la particularidad característica de que el líquido que entra en la fase de lavado se mantenga a una temperatura de 30º C por lo menos.

el
2º.- Un procedimiento como/que se especifica en la reivindicación 1ª caracterizado por el hecho de que el compuesto de hierro empleado se pulveriza a un estado sumamente fino antes de ser añadido al líquido.

3º.- Un procedimiento como el que se especifica en la reivindicación 2ª, caracterizándose por el hecho de que el compuesto de hierro se reduce a polvo muy fino para que pueda pasar por un tamiz de 80 mallas por centímetro.

4º.- Un procedimiento como el que se especifica en una cualquiera de las reivindicaciones 1ª, 2ª o 3ª en el que el compuesto de hierro empleado es un óxido natural tal como el mineral llamado limonita, o un compuesto artificial tal como el óxido de hierro que es un subproducto de la fabricación de anilina.

5º.- Un procedimiento como el que se puntualiza en las reivindicaciones 1ª a la 4ª, el cual comprende las fases de aerear, es decir de inyectar aire en el líquido gastado que se descarga de la fase del lavado con la resultante re-oxidación del sulfuro de hierro en dicho líquido y la formación de azufre, y en eliminar el azufre en forma de lodo del líquido.

6º.- Un procedimiento como el que se puntualiza en una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a la 5ª, en el que el compuesto de hierro, es empleado en suspensión en una solución de carbonato de sodio.

7º.- Un procedimiento como el que se puntualiza



en una cualquiera de las reivindicaciones 2ª a la 6ª, en el que el compuesto de hierro contenido en el líquido de lavado se mantiene en una proporción que oscila entre 0.2 y 3% de óxido férrico o su equivalente.

8ª.- Un procedimiento como el que se puntualiza en una cualquiera de las reivindicaciones 5ª a la 7ª, en el que los aditamentos de hierro al líquido se efectúan añadiéndole un compuesto férrico al entrar el líquido en la fase de aereación, o momentos antes de entrar.

9ª.- En el procedimiento para eliminar sulfuro de hidrogeno de los gases que lo contienen, el empleo de una torre de absorción en la que el sulfuro de hidrógeno es eliminado del gas mediante lavado, en combinación con un aereador o inyector de aire para regenerar el líquido de lavado gastado, y un calentador para calentar el líquido regenerado que pasa del aereador a la torre de absorción.

10ª.- Para la realización del procedimiento con referencia a la reivindicación 9ª, el disponer las cosas de manera que la torre de absorción tenga una sección o cuerpo inferior para la borbotación, y un cuerpo superior que contiene cañizos, con un tabique de choque intermedio y de forma cónica que es concéntrico con la torre.

11ª.- Para la realización del procedimiento con referencia a las reivindicaciones 9ª o 10ª el formar en el aereador una parte rebajada o depresión destinada a la acumulación de azufre, teniendo dicha depresión sitio para un aparato agitador de aire.

12ª.- Para la realización del procedimiento con arreglo a las reivindicaciones 9ª, 10ª y 11ª, el disponer las cosas de manera que el aereador esté formado con una diversidad de paredes de aereación, hechas de un tejido en forma tubular, combinadas con un distribuidor de aire.

13ª.- El procedimiento para eliminar sulfuro de hidrógeno de los gases combustibles, tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado



en los dibujos que se acompañan.

"Un procedimiento perfeccionado para el lavado y purificación de gases"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los dibujos que se acompañan.

Esta memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 7 de Agosto de 1925.

The Koppers Company.

P.P.

Por P.P.

92737

BOYD PATENT

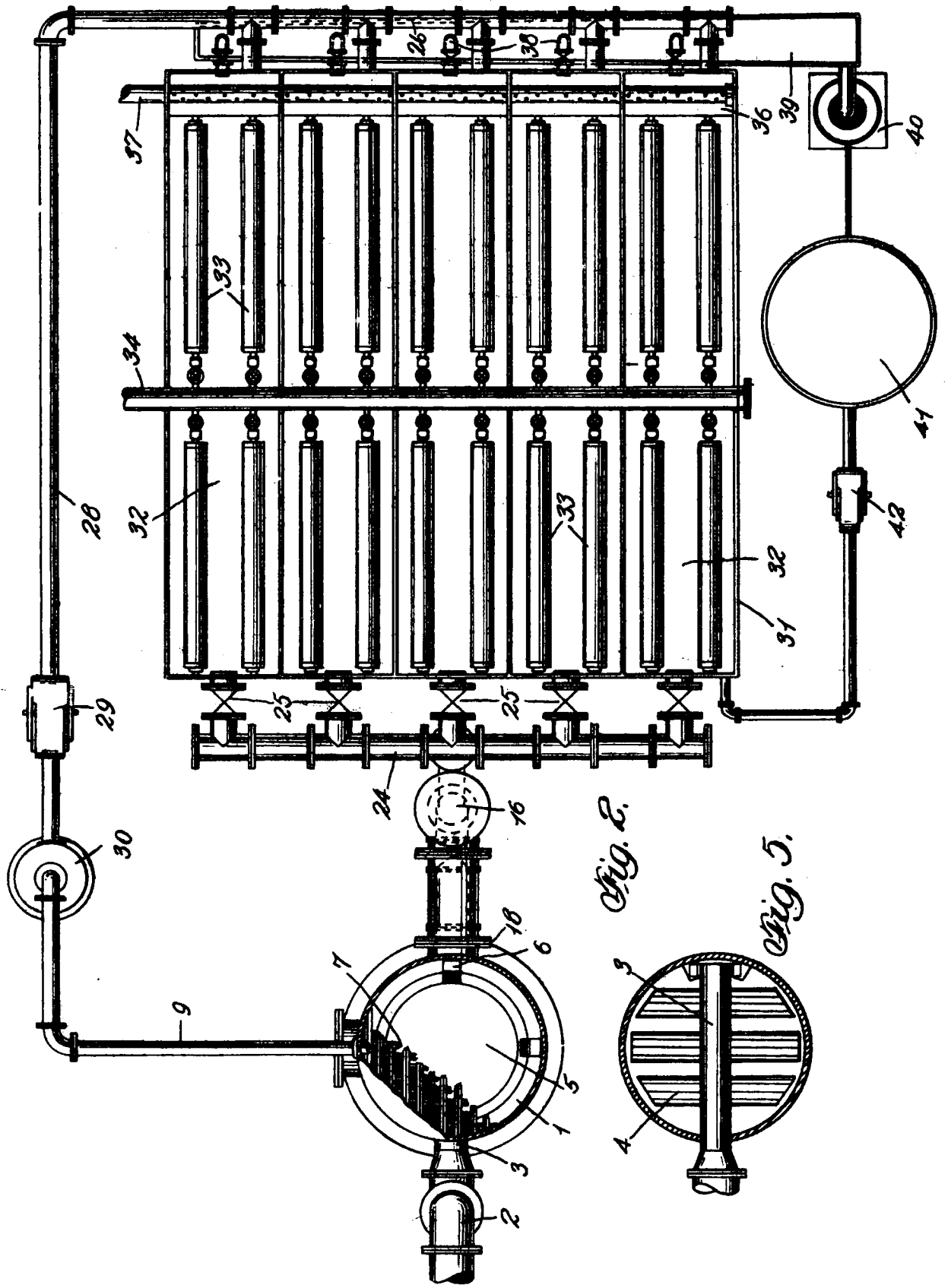


Fig. 2.

Fig. 5.

Madrid 7 de Agosto 1925

[Handwritten signature]

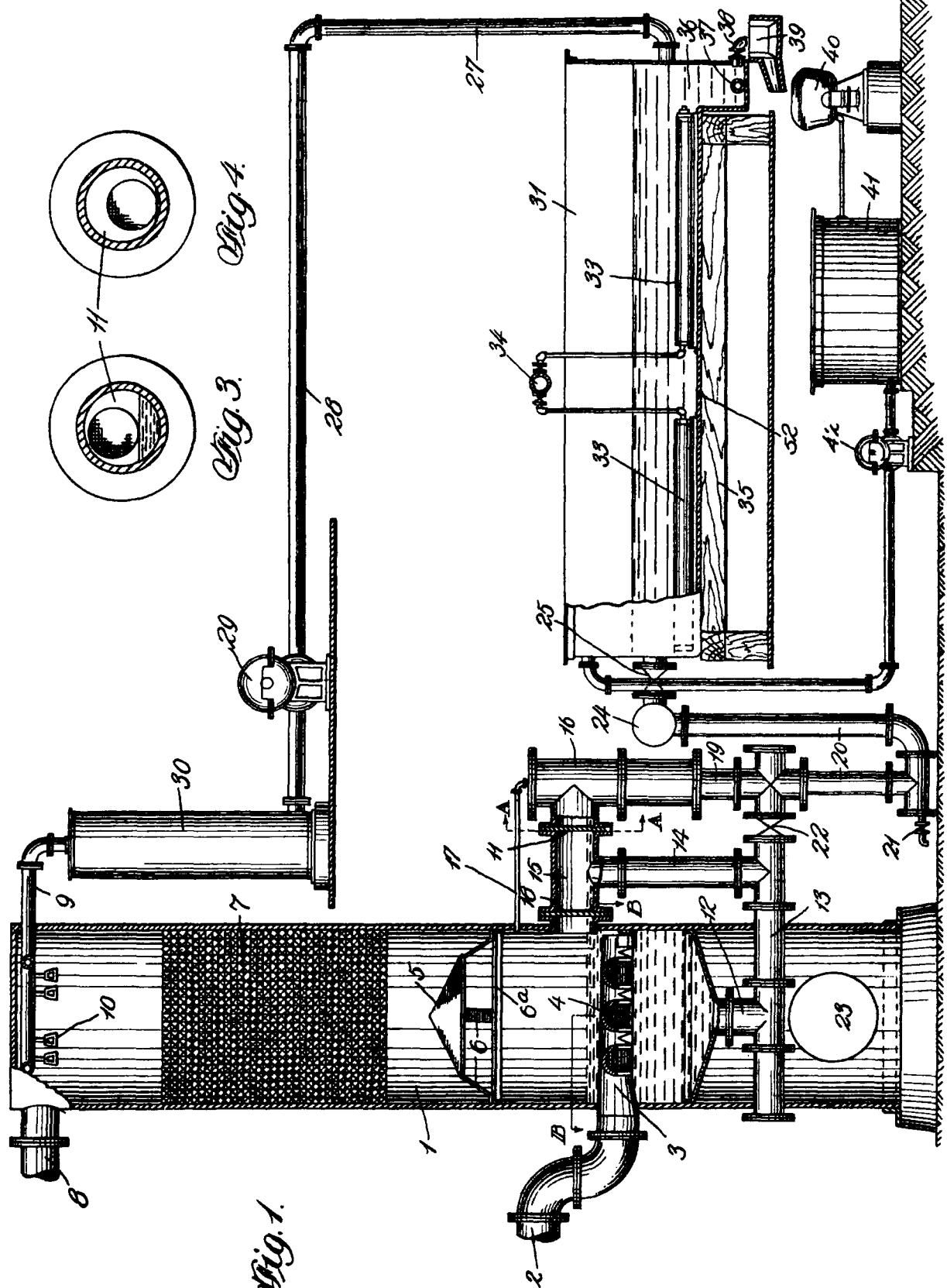


Fig. 1.

Fig. 4.

Fig. 3.

Madrid de Agosto 1925

[Handwritten signature]