



27 SEP 1947

P.- 5847.-
Nº. 44786 - Case 11178.-

178544

178544

27 SEP 1947

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 30, Rockefeller Plaza, Nueva York, N. Y., Estados Unidos de América, por:

"UN MÉTODO DE PURIFICAR ACIDO CIANHIDRICO LIQUIDO CONTAMINADO CON SULFURO DE HIDROGENO".

El presente invento se refiere a un método para la eliminación del H_2S de HCN líquido contaminado con H_2S .

En el pasado, se han hecho muchas tentativas para eliminar el H_2S contaminante mediante procesos de destilación. Se ha comprobado, sin embargo, que no solamente la separación del H_2S es incompleta, sino que las pérdidas finales debidas al HCN no recuperable como tal han ascendido incluso al 15%.

De acuerdo con el invento, se crea un método de pu-



947 178544

5 rificar ácido cianhídrico líquido contaminado con sulfuro de hidrógeno, que comprende hacer pasar el HCN líquido contaminado en contra-corriente con un flujo de aire, airear y batir simultáneamente el ácido líquido, eliminar el H₂S y recuperar el ácido líquido así purificado.

10 El aparato que a título informativo ofrece el invento comprende un tanque batidor y de aireación, medios para hacer pasar HCN líquido contaminado con H₂S a través del tanque, medios para hacer pasar aire y HCN vaporizado en contra-corriente al mismo, medios de agitación y de aireación que incluyen un rotor de jaula, accionado a motor, parcialmente sumergido en el HCN líquido, medios para separar el HCN vaporizado, el aire y al H₂S del tanque batidor y de aireación, y medios para recuperar el ácido líquido así purificado.

15 Siguiendo a la operación de batimiento, el aire, el H₂S y el HCN vaporizado se hacen pasar luego a través de un condensador y el HCN condensado se devuelve al ciclo de batimiento del cual puede separarse el HCN líquido virtualmente exento de H₂S, para su empleo o para la eliminación de otras impurezas, tal como el agua, si se desea.

20

25 El invento considera además el lavado de los gases no condensados procedentes del condensador con agua para formar una solución acuosa de HCN, conteniendo el gas no disuelto cantidades considerables de H₂S y muy poco HCN, siendo luego lavado con solución de sosa cáustica que puede desecharse. Como quiera que un método conveniente de engendrar HCN procede a la preparación de una papilla de cianuro cálcico bruto con agua,

1944



178544

tratar la papilla con ácido sulfúrico para engendrar HCN y usarse
HCN condensado como producto bruto para el extremo de admisión
de la operación de batimiento del presente invento la solución
acuosa de HCN procedente del lavador con agua puede usarse pa-
5 ra hacer la papilla con cantidades adicionales de cianuro cálcico
bruto al comienzo del ciclo, devolviendo de este modo a
la recuperación HCN que, de otro modo, se perdería.

Se han hecho varias observaciones interesantes e
inesperadas que han conducido al presente invento, entre las
10 cuales figura el descubrimiento de que si HCN vaporizado se ba-
te dentro del HCN líquido contaminado, junto con aire, parece
existir una eliminación más eficaz del H₂S. Otro descubrimien-
to inesperado e interesante es que puede obtenerse la aireación
eficiente y adecuada empleando un dispositivo normal de Fager-
15 gren para la flotación espumosa, haciendo uso solamente, no obs-
tante, del rotor de jaula y eliminando el estator. En el empleo
de la máquina de Fagergren para la flotación espumosa que, des-
de luego, depende en cuanto a su eficacia de una aireación ade-
cuada, se ha supuesto siempre que se precisaban tanto el rotor
20 como el estator, de modo que es bastante notable comprobar que
el estator podía eliminarse en la aireación de HCN líquido con-
taminado con H₂S sin pérdida de eficacia para obtener una airea-
ción completamente adecuada y una eliminación del H₂S.

El invento considera además las nuevas operacio-
25 nes y detalles que a continuación se describen, y la construc-
ción, combinación y disposición de elementos descritas y repre-
sentadas en los dibujos, en los cuales:



178544

La figura 1 es un diagrama de circulación del presente método de eliminar H_2S de HCN líquido contaminado, que muestra la vinculación con un método de producir HCN a partir de cianuro cálcico bruto.

5 La figura 2 es una vista diagramática de un sistema para la eliminación del H_2S según el presente invento.

La figura 3 es una vista fragmentaria de frente, que muestra algunas de las partes arrancadas en gracia a la claridad, de una parte de un tanque de batimiento y aireación.

10 Con referencia, ahora, especialmente, a la realización representada y, con referencia particular a la figura 1, puede obtenerse un origen de HCN líquido contaminado con H_2S haciendo una papilla con agua y cianuro cálcico bruto y haciendo pasar el líquido que sobrenada a un generador de HCN al cual se le añade ácido sulfúrico. El HCN gaseoso procedente del generador pasa luego a un condensador del cual se condensa HCN líquido bruto. Debido a la presencia de impurezas sulfurosas en las materias primas con las cuales se hace el cianuro de calcio bruto, considerables cantidades de H_2S pasan al HCN condensado bruto. Aunque el presente invento está especialmente destinado a eliminar H_2S de ácido producido de este modo, evidentemente no ha de quedar limitado a ello, ya que el método es por completo aplicable a la eliminación de H_2S de HCN líquido, cualquiera que sea la forma en que se haya obtenido.

25 Un HCN líquido bruto que contiene aproximadamente 64% de HCN, 0.8% de H_2S , siendo el resto, principalmente, agua, presenta, como antes se ha descrito, un difícil problema en la



1947

178544

eliminación del H_2S del mismo siempre que se hayan de mantener en un mínimo las pérdidas totales de HCN. Esto puede lograrse, sin embargo, haciendo pasar un HCN bruto contaminado con H_2S a través de la entrada 1 al extremo de admisión de uno o más tanques batidores 2 y 3. Cada uno de estos tanques está provisto de un fondo estrechado 4 de modo que presenta la mayor profundidad del ácido en tratamiento hacia el eje longitudinal del tanque. El nivel del ácido debe estar por debajo del nivel inferior del tubo de admisión.

10 Como se representa, el tanque 3 está provisto de una entrada de aire 5, equipada con un manómetro 6 de modo que pueda determinarse la presión existente dentro del tanque. Se fuerza aire para pasar en una dirección en contra-corriente al flujo del ácido en tratamiento en los tanques. Un conducto 7 une el espacio de vapor de los tanques, al paso que un tubo 8 permite la comunicación del líquido que pasa a través de los mismos.

20 En 9 se representan una serie de agitadores del tipo de la máquina de Fagergren de flotación espumosa. Estos agitadores pueden incluir un motor, representado diagramáticamente en 10, que mueve un árbol 11 que tiene un rotor 12 del tipo de jaula destinado a ser parcialmente sumergido en el líquido en tratamiento. Las operaciones de batimiento y aireación tienen lugar bajo un ligero vacío de modo que no sólo se favorezca la eliminación de H_2S del líquido, sino que se produzca el movimiento del aire y de otros gases a través del sistema.

25 En la operación de batimiento y aireación el aire



176544

se mueve a través del espacio de gas por encima del nivel del líquido en los tanques 2 y 3 se mezcla con el vapor de HCN encima del nivel del líquido y es violentamente batido dentro del ácido contaminado en razón de la rotación del rotor de jaula 12.

5 Como resultado de esta acción, virtualmente la totalidad del H₂S disuelto pasa al espacio de vapor, y el aire, el H₂S y el HCN son expulsados de los tanques 2 y 3 a través del tubo 13 a un condensador 14. Aun cuando está de aparato puede ser de cualquier diseño deseado, se prefiere que sea un condensador de

10 tipo tubular normal, indirecto, que emplea salmuera como agente refrigerante de modo que se mantenga una baja temperatura deseada para condensar el HCN contenido en los gases expulsados. El condensado procedente del condensador 14 se mueve a través del tubo 15 y es devuelto en 16 al tubo de entrada 1 donde se mezcla con el HCN contaminado que llega para su paso adicional a través de los tanques batidores. El HCN líquido, substancialmente exento de H₂S, se retira de la operación de batimiento a través del tubo 17 para su empleo o para su ulterior tratamiento a fin de eliminar agua u otras impurezas, según se

15

20 desee.

Los gases no condensados procedentes del condensador 14, que incluyen aire, HCN residual y la mayoría del H₂S, pasan hacia arriba a través del conducto 18 obligados por el ventilador 19 y entran en la parte superior de un lavador por

25 agua, 20, y bajan junto con el agua de lavado, introduciéndose ésta en 21. Este lavador puede ser del tipo normal de placas de choque. El agua de lavado, impregnada de HCN y que sólo con-

193



173544

tiene muy pequeñas cantidades de H_2S , fluye a un sumidero 22 del cual puede retirarse mediante la bomba 23 y devolverse a la alimentación de agua (figura 1) para hacer papilla con las cantidades que llegan de cianuro de calcio bruto. Los valores de HCN
5 en la solución impregnada, por consiguiente, no se pierden.

Los gases no disueltos procedentes del lavador con agua y que comprenden principalmente aire, H_2S y últimos vestigios de HCN pasan entonces por el conducto 24 al fondo de un lavador 25 por contra-corriente, a través del cual circula una
10 solución acuosa de sosa cáustica. Una cantidad inicial de solución se coloca en el tanque 26, la cual se pone luego en circulación por la bomba 27 a través del tubo 28 hacia la parte superior del lavador 25 y cuando el cáustico ha absorbido su capacidad de HCN residual y todo el H_2S , la solución agotada se desecha por
15 el tubo 29. Un ventilador 30 en la parte superior del lavador con cáustico, expulsa los gases finales a la atmósfera, no conteniendo tales gases, virtualmente, ningún HCN y muy pequeñas cantidades de H_2S .

Las siguientes cantidades medias se ofrecen como
20 demostrativas de la eficacia a obtener mediante este procedimiento, estando dichas cantidades basadas en un gran número de ensayos que se extienden durante un período de tiempo considerable. En estos datos, ha de entenderse que las cifras dadas son sólo aproximadas.

25 Por ejemplo, un HCN líquido bruto contaminado con H_2S y que contenía 0-8% de H_2S , se introdujo por el tubo 1 con una serie de seis agitadores de Fagergren, como antes se han



947

178544

descrito, que operaban sobre dos tanques batidores y produjo, después de dicho tratamiento, un ácido que contenía 69.03% de HCN 0.028% de H₂S y 30.942% de agua. Teniendo en cuenta el HCN recuperado de la solución impregnada del sumidero 22, la
5 pérdida total de HCN fué de 0.15%. Esto es superior, con mucho, a la eficacia hasta ahora obtenida mediante cualquier método que se base en la destilación para la separación del H₂S.

Durante estas operaciones, se comprobó que había en esencia cuatro veces tanto vapor de HCN encima del nivel
10 del líquido en los tanques batidores como H₂S y esto contribuía indudablemente de un modo considerable a la eficaz eliminación de éste. Un análisis típico del gas que pasa del condensador 14 demostró la presencia de 0.1 gramos por litro de H₂S y 0.4 gramos por litro de HCN. Manteniendo el condensador a una tem-
15 peratura comprendida dentro de la escala de -13 a -8° C, el HCN líquido del sistema puede mantenerse con facilidad en un punto en que no tiene lugar anormal vaporización de HCN. Esto tiende a reducir al mínimo las pérdidas generales particularmente ya que se ha comprobado que es totalmente adecuado hacer
20 funcionar los tanques batidores bajo un vacío de no más de 38 mm. (de agua) y, con preferencia, bajo un vacío de 25.5 mm.

El análisis de los gases que pasan a través del tubo 18 a la parte superior del lavador con agua puede contener 0.4 gramos de HCN y 0.1 gramos de H₂S al paso que un análisis del gas tomado del lavador con agua y que entra en el fondo del lavador con cáustico puede contener 0.08 gramos por litro de H₂S y 0.02 gramos por litro de HCN. Los gases finales
25



9471 70544

expulsados pueden contener tan poco como 0.001 gramos por litro de H_2S y nada de HCN. La solución agotada del tanque de cáustico incluye cianuro de sodio, sulfuro de sodio y algo de sosa cáustica en la cual existe el equivalente de 2% de HCN y
5 7.2% de H_2S .

Se entenderá que en las disposiciones específicas descritas podrán introducirse diversas modificaciones sin apartarse por ello del espíritu del invento.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en
10 los Estados Unidos de América, el 20 de Junio de 1946, bajo el Número 678.074, se acoge a los beneficios del artículo 51 del Estatuto vigente sobre Propiedad Industrial.

---- N O T A ----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

1º. Un método de purificar ácido cianhídrico líquido contaminado con sulfuro de hidrógeno, que comprende hacer pasar el HCN líquido contaminado en contra-corriente a un flujo
20 de aire, airear y batir simultáneamente el ácido líquido, eliminar el H_2S y recuperar el ácido líquido así purificado.

2º. Un método de purificar ácido cianhídrico líqui-



170544

do contaminado con sulfuro de hidrógeno, que comprende hacer pasar el HCN líquido contaminado en contra-corriente a un flujo de aire y HCN vaporizado, airear y batir simultáneamente el ácido líquido con aire y HCN vaporizado, eliminar el H₂S y HCN vaporizado, y recuperar el ácido líquido así purificado.

3°. Un método según se reivindica en el punto 2°, que incluye separar el H₂S del HCN vaporizado mediante condensación y devolver al ciclo el último a la etapa de aireación y batimiento.

4°. Un método continuo de engendrar ácido cianhídrico líquido purificado, que comprende efectuar una reacción entre una papilla acuosa de cianuro de calcio bruto y ácido sulfúrico, condensador el HCN engendrado para obtener un líquido contaminado con H₂S, hacer pasar el HCN líquido contaminado en contra-corriente a un flujo de aire y HCN vaporizado, batir simultáneamente aire y HCN vaporizado en el HCN líquido, y recuperar el ácido líquido así purificado.

5°. Un método según se reivindica en el punto 4°, que incluye expulsar vapores de HCN y H₂S desde encima del HCN líquido, condensar HCN del mismo, devolver el HCN condensado a la zona de batimiento, lavar el HCN residual de los gases de escape procedente del condensador con agua, y devolver al ciclo la solución acuosa de HCN a la etapa de preparación de la papilla de cianuro cálcico.

6°. Un método de purificar ácido cianhídrico líquido contaminado con sulfuro de hidrógeno, virtualmente como antes se ha descrito.



7^o. Un método de purificar ácido cianhídrico líquido contaminado con sulfuro de hidrógeno.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, ilustrado en el dibujo que se acompaña y para los fines
5 que se han especificado.

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 27 SEP. 1947

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

(Hoja adicional)



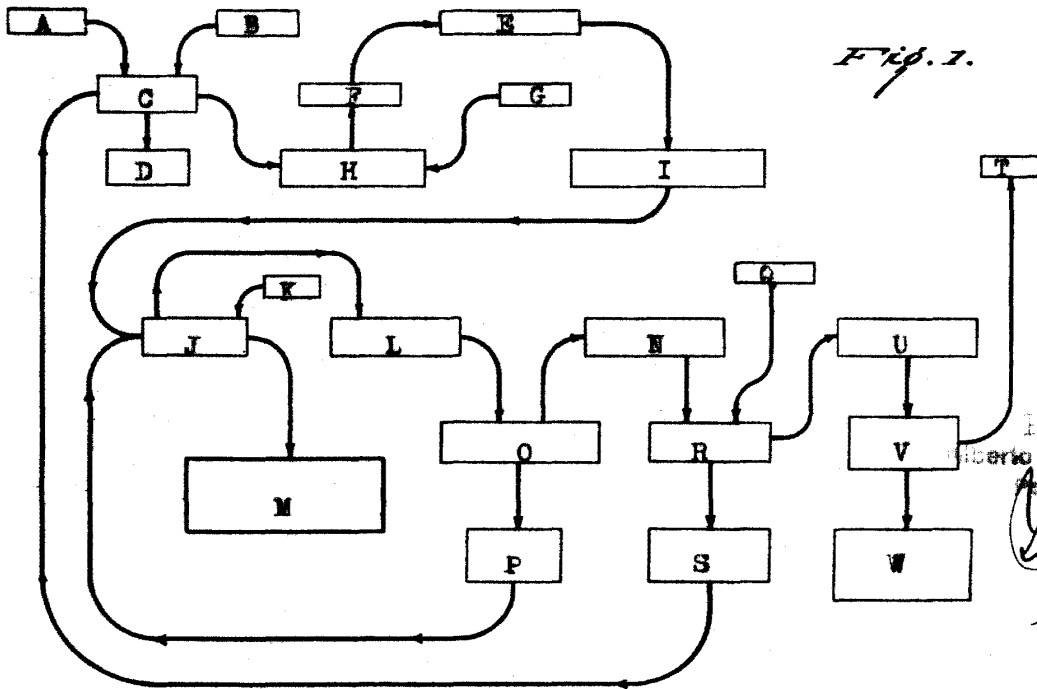
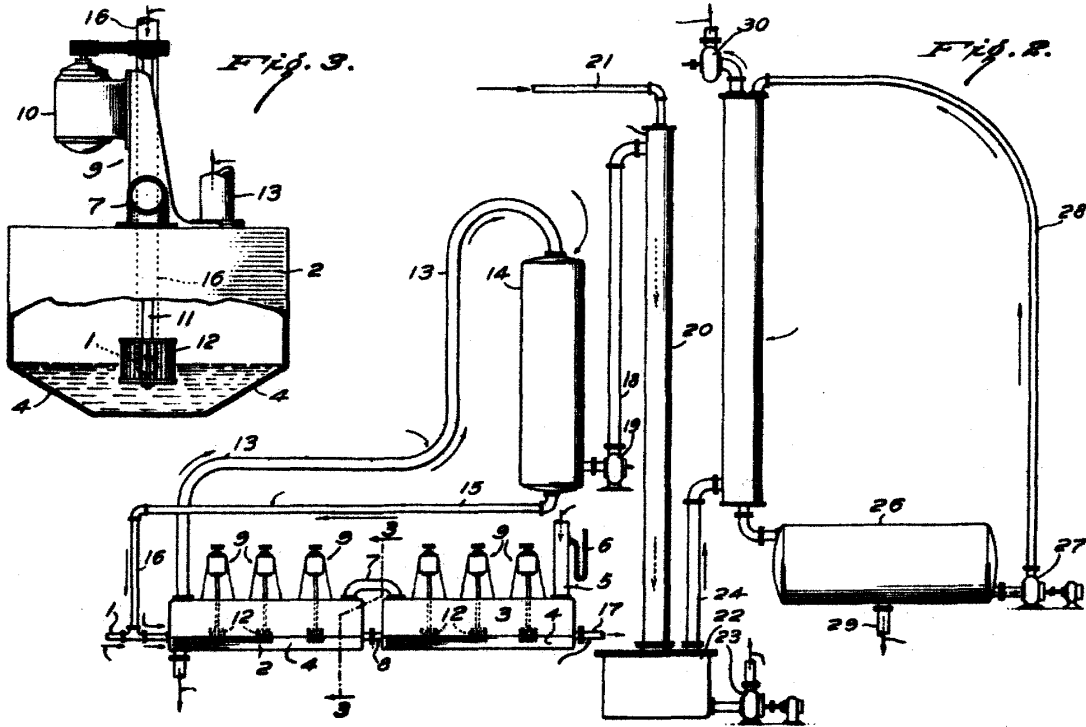
CLAVE PARA LAS INSCRIPCIONES DE LOS DIBUJOS

- A - Agua
- B - $\text{Ca}(\text{CN})_2$
- C - Tanque de preparación de la papilla
- D - Expulsión de los sólidos
- E - Condensador
- F - HCN gaseoso
- G - H_2SO_4
- H - Generador de HCN
- I - HCN líquido bruto que contiene H_2S
- J - Tanques batidores
- K - Aire
- L - HCN vaporizado y H_2S
- M - HCN líquido esencialmente exento de H_2S
- N - HCN no condensado y H_2S
- O - Condensador enfriado por salmuera
- P - HCN líquido bruto
- Q - Agua
- R - Lavador con agua
- S - Solución impregnada de HCN
- T - Expulsión
- U - HCN no condensado y H_2S
- V - Lavador con sosa cáustica
- W - Solución agotada de desecho, que contiene Na_2S y NaCN

178544

P5844

SCALA VARIABLE. - AMERICAN CYANAMID CO. -



I. - A. -
LIBRERIA DE COMERCIO
Young