

184324

PATENTE DE INVENCION

=====



184324

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Perfeccionamientos en rectificadores continuos de  
"sulfuro de carbono".

=====

Solicitante: SOCIEDAD ELECTROQUIMICA DE FLIX,  
domiciliada en Barcelona, Paseo de Gracia 56.

=====

Para el uso principal del sulfuro de carbono,  
o sea la obtención de lejías de xantogenato para la  
obtención de la seda artificial, respectivamente lana de  
celulosa, se trata de poner a disposición el sulfuro de  
5.. carbono en su pureza máxima.

Son ya conocidos diversos métodos de depuración  
del sulfuro de carbono que persiguen el fin, principalmente,  
de apartar el hidrógeno sulfurado siempre existente en el  
sulfuro de carbono en bruto, así como el oxisulfuro de carbono  
10. y de separar los compuestos difícilmente volátiles, espe-  
cialmente también sulfuro. La introducción de procedimientos  
químicos para la separación del hidrógeno sulfurado es



15. incómoda y puede ser evitada por medio de la destilación, respectivamente rectificación del sulfuro de carbono en bruto. Para la separación del azufre debe procurarse que el azufre disuelto en el sulfuro de carbono sea de nuevo recuperado completamente.

Objeto de la invención son procedimientos de depuración ininterrumpida realizada exclusivamente con ayuda de la rectificación, que se caracteriza por el hecho de que el vapor de sulfuro de carbono es destilado continuamente del recipiente de evaporación e introducido en dos columnas separadas de depuración, de estas, una A, es alimentada en su parte superior, con el sulfuro de carbono en bruto a tratar, en medida tal que su contenido de materiales fácilmente volátiles es separado enteramente antes de su entrada en el recipiente de evaporación por medio de los vapores de sulfuro de carbono introducidos desde el dicho recipiente de evaporación en la columna A; por la otra columna B corren los vapores de sulfuro de carbono hacia un refrigerador de salida dispuesto sobre la columna, del cual es de nuevo desviada una pequeña parte del condensado, para alimentación de la columna B para volver a traer los compuestos difícilmente volátiles al recipiente de evaporación C, mientras que la mayor parte es sacada como producto depurado; simultáneamente es sacada continuamente una solución concentrada de azufre en sulfuro de carbono desde el recipiente de evaporación.

40. Para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención se utiliza ventajosamente un dispositivo como el representado en el dibujo que se acompaña. El dispositivo consiste en un recipiente de evaporación C que está provisto de un serpentín <sup>de evaporación</sup> /F y en las dos columnas A y B

184324

- 3 -



45. cargadas con cuerpo de relleno, como por ejemplo, con anillos Raschig.

Convenientemente se elige para estas columnas la relación del diámetro con la altura en una proporción de 1 : al menos 8. Sobre las columnas está dispuesto

50. un refrigerador de retorno D, respectivamente un refrigerador de salida E.

El funcionamiento es en esencia el siguiente:

El sulfuro de carbono en bruto entra desde arriba por G a la columna A, a través de una linterna, los vapores de sulfuro de carbono puro que se desprenden de C, subiendo en A, expulsan los componentes fácilmente volátiles.

55. El sulfuro de carbono arrastrado, es condensado en D por enfriamiento y refluye a la columna. En C se forma una solución de azufre-sulfuro de carbono, que después de una

60. concentración a 100-120 partes de azufre en 100 partes de sulfuro de carbono es separada continuamente a través del desagüe M para la obtención de azufre.

La mayor parte del sulfuro de carbono evaporado en C sube por la columna B, es condensada en el refrigerador de salida E y fluye en su mayor parte a través de la linterna H, hacia el recipiente para el producto depurado.

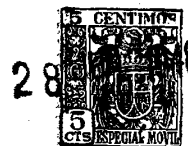
65. Por medio de la estrangulación de la válvula K es dispuesta la salida de tal manera que una pequeña parte (cerca de 1/6 a 1/10) del sulfuro de carbono puro refluye por el caño L, para servir de líquido lavador para la rectificación. Naturalmente podría alcanzarse un retorno correspondiente del condensado, también por otros medios, como por un refrigerador de limitada eficacia de condensación (deflegmador) dispuesto sobre la columna

70. B.

75. Este sencillo dispositivo da un rendimiento por unidad de tiempo muy alto con empleo de poco vapor. El



- grado de pureza del sulfuro de carbono obtenido puede ser regulado por medio de la corriente del líquido lavador,
80. en la columna B, de tal manera que se obtenga el sulfuro de carbono químicamente puro, esto es, corresponda a las más severas exigencias.
- De los métodos conocidos que para la rectificación del sulfuro de carbono emplean también exclusivamente la
85. rectificación, el procedimiento de acuerdo con la presente invención se diferencia por las siguientes características:
- 1.) El sulfuro de carbono, liberado de hidrógeno sulfurado por medio de lavado con ayuda de cantidades conducidas en dirección opuesta de vapores de sulfuro de
90. carbono, no fluye en un recipiente, el cual, de acuerdo con una conocida manera de operar, es llenado con azufre licuado, lo que significa un peligro de incendio al
95. mínimo defecto, a causa del sobrecalentamiento del vapor de sulfuro de carbono, sino en un recipiente de evaporación, que contiene una gran cantidad de solución hirviente, fuertemente saturada de azufre en sulfuro de carbono. En esta, la
100. tensión de vapor del azufre es disminuida de tal manera que la volatilización del azufre es considerablemente limitada. Otra diferencia en oposición al procedimiento conocido, consiste en que de acuerdo con la invención el sulfuro de
105. carbono evaporado del recipiente C, es sometido completamente a una condensación por medio del refrigerador E inmediatamente después de la salida por la columna B, siendo desviada de este sulfuro de carbono líquido puro, una pequeña fracción, por ejemplo, aproximadamente un octavo, como medio de
110. rectificación, esto es, para alimentación de la columna de purificación B, mientras que la mayor parte es sacada como producto depurado. Esta manera de operar significa una modificación muy ventajosa en la economía de calor en oposición al procedimiento conocido, en el cual está previsto



que después de la condensación completa del vapor de sulfuro de carbono que afluye al refrigerador, el sulfuro de carbono líquido, después de pasar por la correspondiente columna, se evapora todavía una vez completamente y solo después de una segunda condensación es recibido en otro refrigerador como producto puro. De acuerdo con la invención, la doble destilación es limitada a la mencionada parte de retorno, necesaria para el lavado.

115. 2.) En comparación con los otros procedimientos hasta ahora usados, trae el nuevo procedimiento el progreso de la obtención de un producto completamente libre de azufre, porque la simple destilación del sulfuro de carbono liberado del sulfuro de hidrógeno es sustituida, de acuerdo con la invención, por una rectificación de la columna B, que tiene lugar con la ayuda de una fracción del sulfuro de carbono ya plenamente purificado.

#### N O T A

130. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por 20 años en España: "Perfeccionamientos en rectificadores continuos de sulfuro de carbono"; caracterizándose por lo siguiente:

135. 1º. = Perfeccionamientos en rectificadores continuos de sulfuro de carbono, por medio de rectificación, bajo empleo de un recipiente de evaporación, que está llenado con una solución enriquecida de azufre en sulfuro de carbobo y del cual es sacada constantemente una solución enriquecida de azufre en sulfuro de carbono, caracterizado por el hecho de que se destila constantemente de un recipiente de evaporación (C)



145. vapor de sulfuro de carbono y se introduce en dos columnas separadas de depuración (A) y (B) de tal manera que el sulfuro de carbono introducido en bruto en el extremo superior de la columna (A) es separado de sus componentes fácilmente volátiles, ya antes de su entrada en el recipiente de evaporación (C) de tal manera que los vapores de sulfuro de carbono liberados de los compuestos volátiles, salen por la otra columna (B) siendo dichos vapores condensados en un refrigerador de salida dispuesto sobre la columna, del cual una pequeña parte del condensador se desvía para alimentación de la columna (B), mientras la mayor parte es sacada como producto depurado.
- 150.
- 155.

2º.- Perfeccionamientos en rectificadores continuos de sulfuro de carbono; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los dibujos que se acompañan.

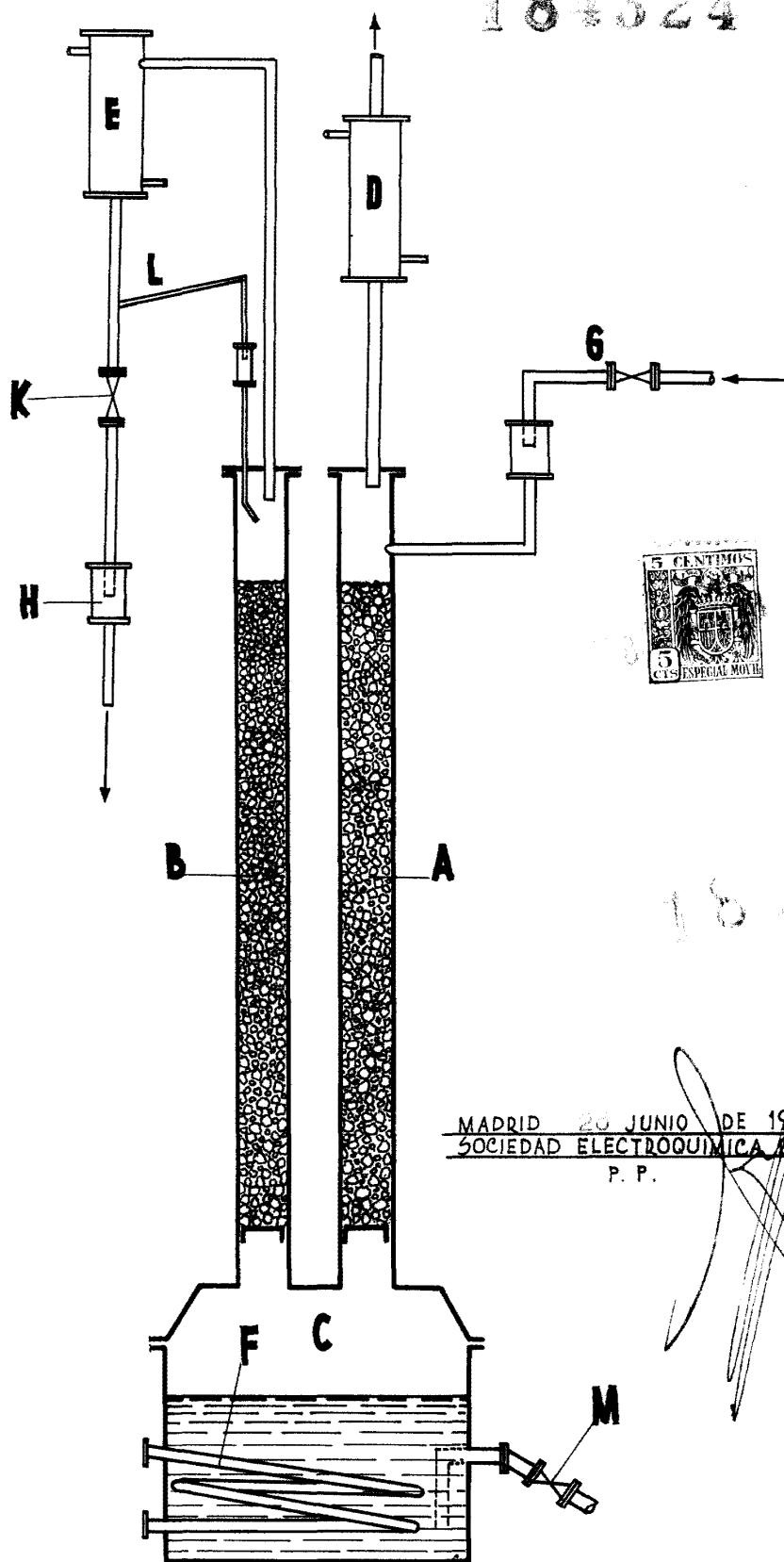
160. Esta memoria consta de seis hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 28 de junio de 1948.

SOCIEDAD ELECTROQUIMICA DE FLIX.

Per Poder de D. GOMEZ ACEBO

184324



MADRID 20 JUNIO DE 1948  
SOCIEDAD ELECTROQUIMICA DE FLIX.  
P. P.