



85317

P.- 6963.-

Br. 5/13490.-

185317

24 SEP. 1948

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

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 N. V. HOLLANDSCHE KUNSTZIJDE INDUSTRIE, entidad holandesa, establecida en Markkade Nº 50, Breda, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA REGENERAR LA CAPACIDAD DE ABSORCIÓN DE CARBONO ACTIVADO QUE CONTIENE IMPUREZAS DE ÁCIDO SULFURICO Y AZUFRE".-

Es un hecho bien conocido que en la fabricación de fibras artificiales según el procedimiento de la viscosa, puede recuperarse una parte importante del bisulfuro de carbono empleado en el mismo.

5

La mayor parte del bisulfuro de carbono recuperable está presente en el aire absorbido del departamento de hilatu-



185317

ra y lavado. Otra parte está presente en el agua residual, de la cual puede separarse inyectando aire. Entonces se mezcla con aire y en este estado puede suministrarse a la instalación de recuperación.

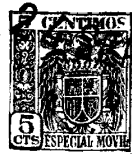
5 Para recuperar el bisulfuro carbónico, los gases que lo contienen se hacen pasar al través de carbón activado. Entonces se absorbe el bisulfuro carbónico; luego se separa por medio de un tratamiento con vapor y puede recuperarse en forma concentrada.

10 Se ha observado ya con anterioridad que la capacidad de absorción del carbón vegetal para el bisulfuro carbónico disminuye cuando ha estado en uso continuo, debido al hecho de que se deposita ácido sulfúrico en el absorbente. La primitiva capacidad de absorción del carbono puede restablecerse en cierta medida lavándolo ocasionalmente.

15 Para este objeto la masa absorbente se ha lavado por medio de agua, o se ha tratado primero con soluciones alcalinas y luego se ha lavado con agua. Por supuesto, en ambos casos era necesario secar a fondo el carbono activado, por ejemplo, mediante aire caliente, y enfriarlo luego de manera adecuada (patente holandesa nº 59.510), antes de poderlo usar de nuevo para absorber bisulfuro carbónico.

20 El aumento continuo del contenido de ácido sulfúrico en el carbono activado, a consecuencia del cual se reduce el poder absorbente, tiene dos causas.

25 Por una parte, aún después de una depuración industrial, los gases de la industria del rayón de viscosa que contienen bisulfuro carbónico, contienen usualmente (algo de)



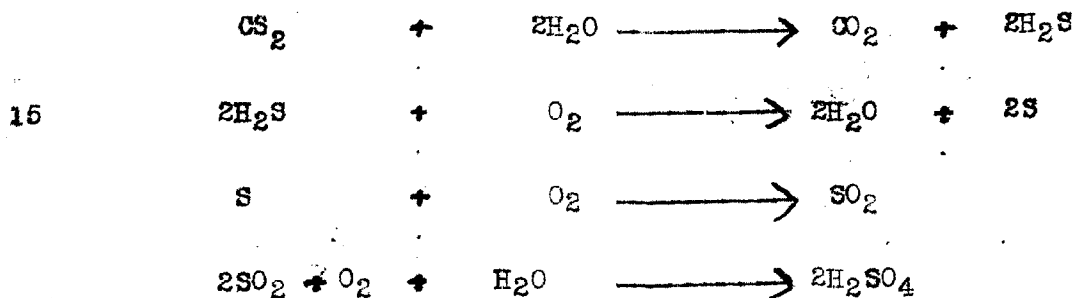
1948

185317

5 sulfuro de hidrógeno, que es absorbido por el carbono activo, y que durante la evaporación del bisulfuro carbónico y durante la desecación del carbono, se oxida por el oxígeno atmosférico formando ácido sulfúrico, que permanece en la masa de absorción.

Por otra parte, durante el tratamiento con vapor y la desecación, una pequeña parte del mismo bisulfuro carbónico da también origen a la formación de ácido sulfúrico.

10 Como resultado de extensas investigaciones puede suponerse que la lenta conversión del bisulfuro carbónico en ácido sulfúrico mientras se trata al vapor y se seca el carbono activado puede representarse por las siguientes ecuaciones.



20 de manera que la formación de ácido sulfúrico, a consecuencia de las dos causas arriba mencionadas, se basa en definitiva en la oxidación de sulfuro de hidrógeno durante el tratamiento con vapor y la desecación.

25 'Se ha descubierto que el azufre que se forma del sulfuro de hidrógeno absorbido se sigue oxidando sólo muy lentamente, a consecuencia de lo cual una parte apreciable del mismo se acumula en el carbono activado.

Como resultado de esto el carbono activado que se

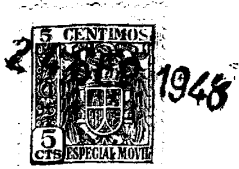


185317

usa para la absorción del bisulfuro carbónico contiene siempre, además de ácido sulfúrico, cierto porcentaje de azufre libre como impureza.

5 Se ha descubierto que por un lavado repetido con agua fría o caliente, el contenido de ácido sulfúrico del carbono activado, que en ciertas circunstancias puede ascen-
10 der al 10 % y aún más, no se puede reducir a menos del 3 % del peso del carbono activado. Esto muestra clara-
mente que el ácido del carbono activado está presente en dos estados diferentes. Evidentemente, parte del ácido sulfú-
rico, a saber, hasta cosa de 3 % se combina con bastante firmeza con el carbono activado por medio de valencias secun-
15 darias (ácido sulfúrico combinado) a consecuencia de lo cual no puede separarse lavándolo con agua en el sentido habitual de la palabra. La parte restante, esto es, de 3 % a 10 %
o más, se combina en forma mucho más suelta o no se combina (ácido sulfúrico libre) y puede separarse muy fácilmente por
20 medio de agua. De esto se sigue, sin comentario, que el conocido lavado con agua no puede nunca restablecer del todo la capacidad absorbente del carbono activado.

25 Cuando el carbono activado, después de usarlo largo tiempo y de haber acumulado considerable cantidad de ácido sulfúrico, o bien se trata ahora con una solución alcalina diluída, o se lava primero con agua y luego se trata con una solución alcalina, después de lo cual en ambos casos se vuelve a lavar con agua para separar el resto del alcalí, es posible separar el ácido sulfúrico residual antes de la desecación.



185317

Debido a su acción moderada, los carbonatos de los metales alcalinos sólidos (con la excepción de NH_4) son muy adecuados para separar el ácido sulfúrico, al paso que se ha descubierto que, en vista del riesgo de que partes del aparato, que puede ser de aluminio, sean atacadas, el NaHCO_3 debe preferirse con mucho al Na_2CO_3 .

Además de lo descubierto que cuando el carbono activado neutro no usado se empapa, por ejemplo, en una solución de NaHCO_3 al 10 % durante 15 horas a temperaturas elevadas, y después se separa el exceso de solución, pero el carbono activado no se separa por lavado sino que se seca con la solución adherente al mismo, por ejemplo, 110°C ., el material absorbente contiene como un 15 % de Na_2CO_3 . Lo que no podía esperarse es que, debido a la presencia de este carbonato sódico, la capacidad absorbente del carbono activado para el bisulfuro carbónico no disminuya apreciablemente.

Pero cuando un carbono activado, que ya se ha usado para la absorción de bisulfuro carbónico y que, por consiguiente, contiene H_2SO_4 , se empapa en una solución de NaHCO_3 , se obtiene un resultado inesperado después de secar a las temperaturas y tiempos que son habituales para la desecación de absorbentes. Luego se observó que no podía descubrirse más NaHCO_3 (o Na_2CO_3) en el carbono activado.

Ulteriores investigaciones mostraron que esta desaparición del Na_2CO_3 tenía que atribuirse a la presencia de cierto contenido de azufre en el carbono activado. Se comprobó que el azufre libre que está presente en el absorbente se oxida formando ácido sulfúrico durante el tratamiento por



1948

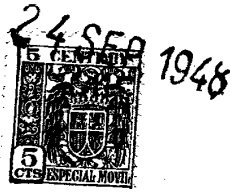
185317

vapor y la desecación del absorbente, que normalmente tiene lugar per se muy lentamente. Debido a la presencia de sustancias alcalinas (NaHCO_3 o Na_2CO_3) este proceso se acelera notablemente, sin embargo, porque el álcali se combina inmediatamente con el ácido sulfúrico formado, esto es, formando Na_2SO_4 , como resultado de lo cual desaparece una cantidad correspondiente de álcali.

Por consiguiente, el nuevo procedimiento para la regeneración de carbono activado se caracteriza porque éste, que está contaminado con ácido sulfúrico y azufre libre, se trata con sustancias débilmente alcalinas, con un lavado preliminar con agua o sin él, después de lo cual se separa el exceso de líquido. El carbono activado tratado no se lava, sino que, junto con el líquido adherente, se somete a un proceso de desecación conocido. Como soluciones débilmente alcalinas pueden usarse las soluciones de aquellas sales de los metales alcalinos (con excepción de las sales de NH_4), cuya reacción es alcalina o que en todo caso puede combinarse con ácido. Se prefiere el bicarbonato sódico (NaHCO_3).

La ventaja de este procedimiento es que con él es posible separar mediante una sola sustancia química no sólo el ácido sulfúrico completamente, sino también una gran parte y aún la totalidad del azufre libre de la masa absorbente.

La disminución o incluso la total desaparición del azufre en el carbono absorbente tiene además el efecto especial de que el aumento de la concentración del ácido sulfúrico, que se forma como fase intermedia pasando por el azufre libre, disminuye notablemente durante los siguientes períodos de fun-



185317

cionamiento en que se usa el carbono.

Además se ha descubierto que el procedimiento puede también mejorarse considerablemente cuando, antes de secar y después de lavar el ácido sulfúrico presente, por ejemplo, con una solución de NaHCO_3 al 4-5 %, el carbono activado se provee de una concentración de álcali más alta.

Esto puede hacerse de manera adecuada por tratamiento posterior de la masa absorbente, que ya se ha tratado con NaHCO_3 al 4-4 %, con una solución alcalina de mayor concentración, por ejemplo NaHCO_3 al 6-10 %, lo cual desplaza la primera solución alcalina, después de lo cual el exceso de líquido se descarga y el carbono activado se seca junto con el líquido adherente de mayor contenido de álcali. A este respecto no tiene importancia que el lavado del ácido sulfúrico tenga lugar por medio de un líquido de concentración alcalina más alta o más baja.

Para el propósito en cuestión, sólo importa que, durante la desecación de la masa absorbente haya en la misma un porcentaje más alto de carbonato alcalino.

Cuando se usó una solución de NaHCO_3 al 5 %, el contenido de azufre del carbono activado se redujo en un 2 % aproximadamente, al paso que cuando se empleó una solución al 9.5 % se consiguió una disminución del contenido de azufre de 3 % bien cumplido.

En realidad, el efecto no sólo depende de la concentración alcalina del líquido que está aún presente antes de la desecación, sino también de la cantidad de líquido adherente por unidad de peso de carbono activado. Esta cantidad de



185317

líquido puede variar ligeramente en conexión con la forma del tipo del carbono.

Por medio de este nuevo procedimiento ha sido posible mantener el contenido de azufre de la masa absorbente a un nivel relativamente bajo, y mantenerlo incluso a un nivel muy bajo al comienzo del nuevo período de funcionamiento, como resultado de lo cual se alarga notablemente el tiempo entre dos regeneraciones sucesivas.

Este nuevo procedimiento no se limita a la regeneración de carbono activado que se usa para la absorción de bisulfuro carbónico de los gases de escape de una fábrica de viscosa. En principio puede emplearse en todos los casos en que se ha de regenerar carbón activado impurificado por ácido sulfúrico y azufre, esto es, cuando se ha de recuperar la primitiva capacidad absorbente.

El extenso campo de aplicación resulta especialmente posible por el hecho de que la impureza que queda en el carbono activado después de la regeneración es sólo una pequeña cantidad de sulfato sódico neutro.

La capacidad de absorción no es influida por ello, al paso que esta impureza no puede tampoco aumentar aditivamente, por el hecho de que se lava de nuevo en cada tratamiento húmedo periódico del carbono activado.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el 6 de octubre de 1947, bajo el número 135.223, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.



185317

- 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, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1º.- Un procedimiento para regenerar la capacidad absorbente de carbono activado que contiene impurezas de ácido sulfúrico y azufre, caracterizado porque el carbono activado se trata con soluciones débilmente alcalinas, derivadas de metales alcalinos, después de lo cual sólo se separa el líquido en exceso, y la masa absorbente, sin volverla a lavar con
10 agua, se seca junto con la solución alcalina adherente.

 2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque antes del tratamiento alcalino se separa parte del ácido sulfúrico del carbono activado lavándolo con agua.
15

 3º.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º ó 2º, para regenerar la capacidad de absorción del carbono activado que se ha impurificado durante la absorción de bisulfuro carbónico de los gases de escape de la industria de la viscosa, caracterizado porque como solución alcalina se
20 emplea una de bicarbonato sódico.

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

185317

24 SEP 1948



5 42.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el carbono activado impuro se trata primero con una solución alcalina diluida y, sin lavarlo, se trata inmediatamente después con un líquido alcalino más concentrado, y luego se seca definitivamente.

52.- Un procedimiento para regenerar la capacidad de absorción de carbono activado que contiene impurezas de ácido sulfúrico y azufre.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 24 SEP 1948

P. A.

15 **Alberto de Elzaburu**
Por Poder