

204550



204550

MEMORIA DESCRIPTIVA que forma parte integrante de la PATENTE DE INVENCION que se solicita en España a favor del Dr. Don Alfonso Zieren, de nacionalidad alemana, con residencia en Niedermarsberg/Alemania, por: "Procedimiento para el aprovechamiento de hidrógeno sulfurado, sulfuro de carbono, sulfhidrato de óxido de carbono y similares combinaciones sulfurosas en aire húmedo de escape".

Durante la fabricación de productos artificiales por el procedimiento de la viscosa se obtiene en diversos escalones de la fabricación aire de escape que contiene sulfuro de carbono e hidrógeno sulfurado. El contenido de estas combinaciones sulfurosas en el aire de escape se distingue de su correspondiente procedencia. En una fábrica de celulosa puede contener 1 m³ de aire de escape del baño de precipitación por ejemplo 23,4 gramos de CS₂ y 9,9 gramos de H₂S, de la xantogenación 23,9 gramos CS₂ y 0,21 gramos H₂S. La mezcla de todas las partículas del aire de escape contiene entonces por metro cúbico, por ejemplo, 2,3 gramos CS₂ y 0,38 gramos H₂S.

Debido al contenido del hidrógeno sulfurado en el aire de escape, esto representa una molestia constante para los alrededores de la fábrica. A tal efecto se ha propuesto lavar el hidrógeno sulfurado con solución de sosa cáustica y descomponer la solución de sulfhidrato resultante con derivados de ácido sulfúrico o ácido carbónico para obtener nuevamente el hidrógeno sulfurado en concentración aprovechable. Según uno de estos sistemas de fabricación, puede ser aprovechado todo el hidrógeno sulfurado, pero perdiéndose el sulfuro de carbono, siempre que no se ab

204550



-2-

recuperado por el sistema conocido inmediatamente en la misma máquina de hilar.

5 Según otro sistema de trabajo, se emplea la masa de peróxido de hierro hidratado conocido en la purificación de gas para poder retener por lo menos de las partículas concentradas de aire de escape el hidrógeno sulfurado, empleándose a continuación carbón activo para recuperar por el sistema conocido, sulfuro de carbono. El aprovechamiento de la masa purificadora de gas usada tiene sus inconvenientes con la fabricación de gas para iluminación 10 o en la fábricas de cok. Es inevitable una absorción con inconvenientes del vapor de hidrógeno sulfurado mediante carbón activo para que el hidrógeno sulfurado sea eliminado completamente de antemano del aire de escape. Este 15 se oxidaría a azufre y eliminaría el carbón por variación de la porosidad para la regeneración del carbón activo se precisa gran cantidad de vapor.

Se ha podido observar que el contenido completo de azufre en dicho aire de escape puede ser aprovechado muy 20 convenientemente si después de un precalentamiento se conduce a través de catalizadores a la temperatura inicial correspondiente para producir anhídrido sulfúrico, el cual es absorbido como es conocido, por ejemplo en ácido sulfúrico al 78% obteniéndose ácido sulfúrico. Para 25 el precalentamiento se emplea convenientemente el contenido calorífico del gas catalizador. Para evitar condensados agresivos, el gas catalizador no deberá ser refrigerado por debajo de su punto de fusión.

Estas condiciones son fácil de cumplir, debido a que 30 las temperaturas de ignición del quemado de sulfuro de carbono (105°C) y del hidrógeno sulfurado (290°C) a dió-

204550



-3-

xido sulfuroso y a dióxido carbónico, respectivamente vapor de agua son mucho más inferiores que la temperatura óptima equilibradora de la oxidación catalizadora del dióxido sulfuroso al anhídrido sulfúrico (410°C).

5 El aire de escape de las fábricas de seda artificial y celulosa está prácticamente libre de polvo. Debido a ello no precisa de ningún lavado u otras purificaciones antes de su empleo, según el sistema correspondiente al invento. Como único tratamiento preliminar se precisaría tan
10 sólo un secado existiendo una humedad demasiado elevada. Si se intenta obtener ácido sulfúrico concentrado, por ejemplo, al 98% H_2SO_4 , el aire de escape puede ser secado mediante el empleo de ácido sulfúrico de la fabricación correspondiente de la viscosa. El contenido elevado de
15 agua del ácido sulfúrico empleado es igualado mediante mayor rendimiento de los vaporizadores al vacío para el baño de hilado. El consumo de agua durante la absorción del anhídrido sulfúrico del gas catalizador, depende entonces de la cantidad de sulfuro de carbono que se oxida.
20 Si se produce ácido al 78% H_2SO_4 , es suficiente excluir un exceso de agua conveniente del aire de escape, por ejemplo, por refrigeración.

En combinación con el sistema de trabajo, es conveniente liberar la parte de aire de escape resultante de la
25 precipitación y tratamiento posterior de la fibra, que para el tratamiento inmediato es demasiado rebajado, según el presente invento a base de sosa caústica del hidrógeno sulfurado. La solución del sulfhidrato sódico resultante es tratada entonces con dióxido de carbono en forma de humo común, para descomponer el sulfhidrato mediante liberación del hidrógeno sulfurado. La concentra-
30



204550

-4-

5

ción de hidrógeno sulfurado así obtenible no es suficiente, desde luego, para el procedimiento de quemado sin calefacción adicional. El gas puede ser empleado convenientemente en mezcla con las partículas de aire de escape ricas en sulfuro de carbono procedentes del baño de precipitación y de la xantogenación según el presente invento, para obtener ácido sulfúrico mediante catalización inmediata. El contenido de oxígeno, algo reducido, puede ser ampliado muy convenientemente mediante empleo de humo en forma de gas obtenido por el gas de escape, y por el procedimiento de mezcla con las partículas del aire de escape, ricas en óxido.

10

15

El procedimiento según el presente invento puede ser empleado igualmente a gases de otra procedencia y a composición de aire de escape del empleo de la viscosa. En principio pueden emplearse todas las combinaciones sulfuradas en forma de gas o vapor así como vapor sulfurado con un exceso de aire suficiente o óxido oxidándose a anhídrido sulfúrico, y a ácido sulfúrico.

20

Ejemplos de situación:

1. La mezcla de aire de escape a 25°C saturada en humedad, y con la composición siguiente (sin vapor de agua):

25

CS ₂	0,61 Vol.-%
H ₂ S	0,79 "
CO ₂	0,84 "
O ₂	19,56 "
N ₂	78,20 "

30

es precalentada mediante aire de escape caliente y ya catalizada a, por ejemplo, 200°C y guiada entonces a un aparato de contacto. En un aparato de contacto se encuentra dispuesta por el sistema de normal, por ejemplo, en capas

204550



-5-

de dos metros de altura total sobre parrillas, masa de
contacto al vanadio. Aquí se produce la oxidación del
hidrógeno sulfurado y del sulfuro de carbono e anhídri-
do sulfúrico, dióxido de carbono y vapor de agua en un
5 sólo proceso de más del 98%. El grado térmico de la
reacción elevaría la temperatura del gas de 420° a 620°,
siempre que no se refrigerase. Por el precalentamiento
del aire de escape y suponiendo una pérdida de un 20% del
grado térmico, refrigera el gas catalizado en 175 + 8% =
10 260° a 360°. A esta temperatura no se puede producir con-
densados, especialmente si se evita durante el precalen-
tamiento del aire de escape temperaturas de revestimiento
bajas. Esto es posible, por ejemplo, en el proceso de tra-
bajo en corriente continua.

15 El gas catalizado caliente fluye en una torreta sobre
la cual se trasiega ácido sulfúrico al 76%, el cual absor-
be parte del anhídrido sulfúrico mediante producción de
ácido sulfúrico. Del circuito del ácido es desviado el
calor conducido por el gas, así como la formación de ca-
20 lor mediante refrigeración por agua, inclusive una cierta
cantidad de ácido sulfúrico correspondiente al anhídrido
sulfúrico como producción. Debido a la presencia de va-
por de agua, se forman durante la refrigeración del gas
en la torreta, nieblas de ácido sulfúrico que no son ab-
25 sorbidas. La niebla se precipita convenientemente, una
vez que el gas es humedecido con algo de agua, electro-
státicamente. El ácido saliente del filtro eléctrico
que contiene, por ejemplo, el 40% de la producción, fluye
en el circuito de la torreta de absorción.

30 2. El primer succion de la oxidación por contacto has-
ta el dióxido sulfuroso, puede ser efectuado, por ejemplo,

204550



-6-

5 mediante empleo de otros catalizadores como uniones al vanadio, tales como óxido férrico, bauxita, material refractario o similares. Los distintos catalizadores para la oxidación a dióxido sulfuroso y anhídrido sulfúrico son acondicionados bien en el mismo aparato de contacto, por ejemplo, sobre distintas parrillas, o bien en varios aparatos de contacto separados.

10 3. Durante el empleo del mismo catalizador para todas las escalones de la oxidación, es conveniente prever el aparato para unareversibilidad de la dirección del circuito de gas. Para el caso de que por falta de oxígeno se produjese un desperfecto del catalizador, es suficiente tratar el mismo a temperaturas de más de 400° con dióxido sulfuroso y óxido sobrante para obtener nuevamente su actividad antigua. Debido a que la oxidación en anhídrido sulfúrico se produce a temperaturas de más de 400°, la masa de contacto puede ser sometida mediante reversibilidad de la dirección del circuito tanto en su parte anterior, como también en su parte posterior.

20 REIVINDICACIONES.

25 PRIMERA. Procedimiento para el aprovechamiento de hidrógeno sulfurado, sulfuro de carbono, sulfidato de óxido de carbono y similares combinaciones sulfuradas en aire húmedo de escape, caracterizado, porque el aire de escape es guiado una vez precalentado a la temperatura inicial, a través de catalizadores para producir anhídrido sulfúrico, el cual es absorbido, como es conocido, en ácido sulfúrico y alterado en ácido sulfúrico.

30 SEGUNDA.— Procedimiento, según reivindicación primera, caracterizado, porque el aire de escape es precalentado por el sistema de intercambio calorífico con el gas su-



204550

talizado sin rebasar el punto de fusión del gas catali-
zado.

5 TERCERA.- Procedimiento, según reivindicaciones ante-
riores, caracterizado, porque el aire de escape antes del
precalentamiento, es refrigerado por debajo del punto de
fusión con el fin de expulsar parte de la humedad por
condensación.

10 CUARTA.- Procedimiento, según reivindicaciones prime-
ra y segunda, caracterizado, porque el aire de escape es
secado mediante materias higroscópicas, preferentemente
ácido sulfúrico, determinado para el tratamiento de la
viscosa.

15 QUINTA.- Procedimiento, según reivindicaciones prime-
ra, segunda y tercera, caracterizado, porque se emplean
como catalizadores combinaciones de los elementos del
grupo 1, 2, 3 y 8 así como del grupo adicional 4, 5, 6
y 7 del sistema periódico.

20 SEXTA.- Procedimiento, según reivindicaciones ante-
riores, caracterizado, porque se altera según se presi-
sa, la dirección del circuito del gas en el aparato de
contacto.

25 SEPTIMA.- Procedimiento para el aprovechamiento de
hidrógeno sulfurado, sulfuro de carbono, sulfhidrato de
(carbono) dióxido de carbono y similares combinacio-
nes sulfuradas en aire húmedo de escape.

Todo tal y como queda descrito en la presente memoria
que consta de siete hojas foliadas, mecanografiadas y
escritas por una sola cara.

Madrid, 16 de Julio de 1952.

ALFONSO ZIEREN,

P.A.