

227494

P.- 14.314.-

227494

23 MAR. 1956



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

a nombre de SPINNFASER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, establecida en Kassel-Bettenhausen, Alemania, por:

"PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DEL AIRE
RESIDUAL DE FABRICAS DE VISCOSA".

=====

En los procedimientos hasta ahora conocidos para la purificación de gases que contengan ácido sulfhídrico por medio de limonita, se trataba esencialmente de disminuir a un mínimo el tanto por ciento de

sulfhídrico del gas, sin introducir simultáneamente demasiado aire u oxígeno en el gas. Puesto que las cantidades de ácido sulfhídrico en estos gases son relativamente elevadas, no es necesario trabajar con una gran velocidad de la corriente, esto es, se puede ajustar la velocidad que viene dada por la velocidad de reacción de las transformaciones. Sin embargo, la situación es distinta en la purificación del aire de salida de las fábricas de viscosa, en el que, en general, el contenido de ácido sulfhídrico es muy pequeño y, por el contrario, la cantidad de oxígeno es muy grande. Pero si un procedimiento semejante debe ser hasta cierto punto económico, es obligado trabajar con una cantidad muy elevada de gas.

Se ha ensayado ya aplicar a este problema los procedimientos conocidos en la industria de gases. El aire de salida se conduce para esto a través de una masa de contacto de hidróxido de hierro esponjosa, operándose con una velocidad de la corriente por lo menos de 1,5 cm/seg. En este procedimiento está limitado sin embargo, según se indicó antes, el aumento de la velocidad de la corriente, puesto que las masas de contacto esponjosas serían expulsadas de las torres de purificación por una corriente de gas demasiado grande.

Los conocidos procedimientos de oxidación húmeda, para separar el ácido sulfhídrico en la purificación de gases, especialmente utilizando suspensiones de hidróxido de hierro alcalinas, hacen necesario en todo caso

227494



5 trabajar en dos fases. En la primera fase tiene lugar la reacción del ácido sulfhídrico con el hidróxido de hierro con formación de sulfuro de hierro y en la segunda fase, la formación de azufre por oxidación del sulfuro de hierro. Se comprende que un procedimiento como este no sería soportable con las grandes cantidades de aire de salida que se purifican en la industria de de viscosa. Esto no puede tampoco modificarse mediante los diferentes dispositivos, que se han desarrollado para la utilización del procedimiento. El problema de la purificación del aire de salida no puede, por tanto, resolverse con los procedimientos por vía húmeda, con ayuda de suspensiones alcalinas de hidróxido de hierro conocidos en la purificación de gases, pues en la purificación del aire de salida - al contrario de la purificación de gases - se trata de conseguir la unión del ácido sulfhídrico al hierro y la oxidación del sulfuro de hierro en una fase, aprovechando el oxígeno contenido en el aire de salida.

20 Así, se ha ensayado ya llevar a cabo una purificación continua del aire de salida, modificando uno de estos procedimientos de purificación por vía húmeda, mediante suspensiones alcalinas de hidróxido de hierro. A la suspensión de contacto se le agrega un productor de espuma, para conseguir un aumento de la superficie mediante una abundante formación de espuma, lo cual permitiría llevar a cabo la reacción del ácido sulfhídrico con el

227494



hidróxido de hierro y la regeneración del absorbente,
utilizando el oxígeno. Sin embargo, este procedimiento
de purificación del aire de salida, no es utilizable en
la escala actual de las fábricas de viscosa. Aparte de
5 que el trabajo en escala industrial con grandes cantida-
des de espuma es muy incómodo, existe también el peligro
de que los detergentes sean arrastrados por el aire de
salida, puesto que para la producción de espuma deben
emplearse compuestos volátiles. Particularmente esta cir-
10 cunstancia es muy desfavorable, puesto que el aire de sa-
lida se carga de estos compuestos, y estos detergentes
quedan retenidos en una instalación de carbón activo co-
nectada a continuación, con lo que el sulfuro de carbono
obtenido en esta instalación está impurificado y no es
15 aprovechable.

Puesto que la separación del ácido sul-
fídrico del aire de salida de las fábricas de viscosa,
debe considerarse ante todo desde el punto de vista de
la recuperación de sulfuro de carbono, que solo es pues
20 posible si se separa previamente el ácido sulfídrico,
solamente pueden utilizarse en este caso procedimientos
en los que la eliminación de ácido sulfídrico no influ-
ya desfavorablemente sobre la recuperación de sulfuro de
carbono, conectada a continuación.

25 Un cierto progreso, en relación con esto,
ha significado un procedimiento, en el que se trabaja con
suspensiones alcalinas de hidróxido de hierro, a las que

227494

23 MAR



5 se añaden pequeñas cantidades de óxido o hidróxido de manganeso como catalizadores. Estas suspensiones satisfacen las exigencias de la purificación del aire de salida de las fábricas de viscosa, aunque la necesidad de una cantidad adicional de compuesto de manganeso debe considerarse como muy desfavorable.

10 Se ha descubierto ahora, que para la purificación del aire de salida de las fábricas de viscosa se puede operar, evitando las dificultades de los procedimientos con suspensiones alcalinas de hidróxido de hierro, anteriormente descritos, sin tener que añadir productor de espuma o compuesto de manganeso, cuando se emplean proporciones cuantitativas del compuesto de contacto determinadas en cierto modo por el contenido de ácido sulfhídrico del aire de salida que se purifica, procurando además para ello que la velocidad del aire de salida en el reactor sea superior a 30 cm/seg.

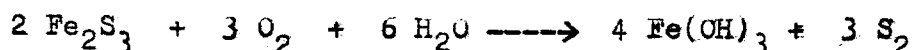
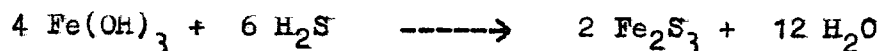
15 Una de las maneras de operar es una simplificación de uno de los procedimientos conocidos hasta ahora, de tal manera que no exige la aireación adicional absorbente para la formación de azufre. La necesidad de semejante aireación adicional era uno de los puntos más esenciales, que impedía una mayor difusión del procedimiento de suspensiones alcalinas de hidróxido de hierro para la purificación del aire de salida, porque hacía precisas importantes instalaciones adicionales, como compresores y otras análogas.

227494

23



Según se encontró experimentalmente, es necesario que ambas reacciones:



5 , que de por sí poseen velocidades de reacción muy diferentes, transcurran simultáneamente en el grupo de purificación, de tal manera que la transformación de H_2S en S tenga lugar totalmente. Esto se consigue operando con una relación molar de por lo menos 7,5 moles de Fe(OH)_3 por mol de H_2S , y de preferencia más de 20 moles de Fe(OH)_3 por mol de H_2S .

10 La ventaja extraordinaria que se obtiene por la posibilidad de trabajar con velocidades de corriente elevadas es evidente y representa un progreso técnico importante frente a todos los procedimientos hasta ahora conocidos. El límite superior de la velocidad de corriente del aire de salida viene dado, en el procedimiento de acuerdo con el invento, por la detención durante un tiempo mínimo de permanencia. Esta, depende a su vez de la concentración de H_2S en el aire de salida. Normalmente, 15 el contenido en H_2S del aire de salida de las fábricas de viscosa asciende a 0,8-1 g $\text{H}_2\text{S}/\text{m}^3$. Para la purificación de un aire de salida semejante, el tiempo de permanencia no debe de quedar por debajo de 5 seg. y de esta 20 condición se deduce, para un grupo de purificación ordinario de unos 75-150 m^3 de contenido, una velocidad de 25

227494



corriente de 170 cm/sg aproximadamente. Operando con métodos especiales, en los que se llega a un enriquecimiento en H_2S y CS_2 , se alcanzan en la fabricación de viscosa concentraciones de 15 g de H_2S/m^3 . Este aire de salida puede purificarse sin peligro, de acuerdo con el procedimiento del invento, si se procura que la relación CS_2/O_2 permanezca por debajo del límite de explosión. Entonces es admisible, en el grupo de purificación antes mencionado, un tiempo de permanencia de 32 segundos y una velocidad de corriente de 30 cm/seg.

Conservando las condiciones de trabajo antes mencionadas, esto es, el empleo de por lo menos 7,5 moles de $Fe(OH)_3$ por mol de H_2S y velocidades de corriente del aire de salida por lo menos de 30 cm/seg. se alcanza un efecto de purificación óptimo. Las reacciones se conducen de tal manera, que se evita considerablemente un pérdida de azufre, que procede de reacciones secundarias - que conducen a la formación de $Na_2S_2O_3$ - y que en los procedimientos anteriores era considerada como muy desfavorable. Mientras que en los procedimientos antiguos de purificación de aire de salida, por medio de suspensiones alcalinas de hidróxido de hierro, había que contar con una pérdida de un 22% del azufre existente en forma de H_2S y además eran necesarios unos 0,8 g de Na_2CO_3 por gramo de H_2S , en las condiciones de trabajo presentes pueden rebajarse las pérdidas de azufre al 12% y el consumo de Na_2CO_3 a 0,25 g / 1 g de H_2S .

227494

23 MAR



5 Para llevar a cabo el procedimiento del presente invento pueden utilizarse instalaciones como las que encuentran aplicación en otros procedimientos de purificación de gases por vía húmeda. Además de estos llamados lavadores, se necesitan todavía pequeñas instalaciones para poder emplear la suspensión en un ciclo. La eliminación del azufre de la suspensión tiene lugar por flotación. El azufre separado se puede separar del agua en un filtro de susción y se elabora a continuación.

10 La suspensión se prepara convenientemente a partir de un hidróxido de hierro, obtenido por precipitación de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ con cal. Su concentración debe ser entre 2 - 5% de $\text{Fe}(\text{OH})_3$. La temperatura de la suspensión debe ascender por lo menos a 15° ; se trabaja convenientemente a $30 - 40^\circ$.

15 La alcalinidad de la suspensión de hidróxido de hierro se ajustará convenientemente a más de un 0,2% de Na_2CO_3 . Para alcalinidades más bajas la velocidad de lavado se reducirá de tal manera, que la velocidad de la corriente deberá reducirse considerablemente.

20 El grado de purificación del aire de salida es 2 mg./m^3 de H_2S , si se cumplen las condiciones óptimas para el procedimiento.

19. Ejemplo de aplicación.

25 El aire de salida, saturado de humedad, a unos 30°C . y con 8 g. de H_2S por m^3 ., se trató en un lavador de gases con una suspensión que contenía 4,1% de

227494

23



5 Fe(OH)₃ y 0,5% de Na₂CO₃. Se empleará con esto tal cantidad de suspensión, que haya disponibles 39 moles de Fe(OH)₃ por mol H₂S. El aire de salida se hace pasar con una velocidad de corriente de 40 cm/seg. a través del lavador, lo que supone un tiempo de permanencia de unos 25 seg. En estas condiciones, tiene lugar la purificación hasta 2 mg, de H₂S/m³.

10 El azufre separado se elimina por flotación del ciclo de la suspensión y, después de un sencillo tratamiento, puede utilizarse como de la mejor calidad. Las pérdidas de azufre por reacciones secundarias ascienden al 12% mediante este modo de operar. Se necesitan 0,25 g. de carbonato sódico por g. de H₂S.

2º. Ejemplo de aplicación.

15 El aire de salida, saturado de humedad a unos 30°C. con unos 2 g. de H₂S/m³, se trata de un lavador de gases con una suspensión que contiene 2% de Fe(OH)₃ y 0,4% de Na₂CO₃. Se empleará con esto tal cantidad de suspensión, que haya disponible 29 moles de Fe(OH)₃ por mol de H₂S. Velocidad de la corriente: 70 cm/seg. ; tiempo de permanencia aproximadamente 13 seg. La purificación del aire de salida en estas condiciones tiene lugar hasta 2mg. de H₂S/m³.

25 La pérdida de azufre por reacciones secundarias asciende en este ejemplo al 10% y el consumo de Na₂CO₃ es 0,1 g. por g. de H₂S.

El ejemplo 3 siguiente indica claramente

227494



que cuando las condiciones de trabajo de acuerdo con el invento no se observan rigurosamente, el efecto purificador disminuye en un grado insoportable y las pérdidas de azufre ascienden considerablemente.

5 3º. Ejemplo de aplicación.

El aire de salida, saturado de humedad a unos 30°C. con unos 8 g. de H_2S/m^3 , se trató en un lavador de gases con una suspensión que contenía 3,5% de $Fe(OH)_3$ y 0,4% de Na_2CO_3 . Se empleará tal cantidad de suspensión, que haya disponibles 5,5 moles de $Fe(OH)_3$ por mol H_2S . Velocidad de la corriente 40cm/seg. ; tiempo de permanencia aproximadamente 25 seg. La purificación del aire de salida en estas condiciones tiene lugar hasta 195 mg/m³.

15 La pérdida de azufre por reacciones secundarias ascienden en este ejemplo a 42%, y el consumo de Na_2CO_3 es 0,58 g. por g. de H_2S .

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania con fecha 24 de Marzo de 1955, bajo el número S 43.175 IVb/12e., se acoge a los beneficios establecidos por el artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

227494

23



4º.- Procedimiento de purificación del
aire residual de fábricas de viscosa.

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

5

La presente Memoria consta de doce hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 23 MAR. 1956

P. A.

Alberto de Ezabura
Por Poder.

C/rg.