

229557

30 JUN



PATENTE DE INVENCION

Your Case No. 232.

229557

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento y aparato para la obtención de azufre practicamente puro partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono".

=====

Solicitantes : CHEMPATENTS, INC., entidad norteamericana, residente en 2, Park Avenue, Nueva York, (N.Y.), EE. UU. de A.

====

Este invento se refiere a un método y un aparato para la obtención de azufre de una solución de este cuerpo en disulfuro de carbono.

- En los procedimientos anteriores para obtener
5. azufre partiendo de soluciones del mismo en disulfuro de carbono, se presentaba el problema de la precipitación al concentrar la solución de azufre. Así, a la presión atmosférica, una solución de 60 a 65% de azufre en disulfuro de carbono presentaría la precipitación de
 10. azufre.

229557

30



Un objeto de este invento es concentrar una solución de azufre en disulfuro de carbono, sin que se presente la precipitación de azufre.

15. Otro objeto es el volatilizar completamente el disulfuro de carbono de una solución de azufre en el mismo, para obtener azufre practicamente puro.

Otro objeto de este invento es proporcionar un método económico y conveniente para la producción de azufre en masa, de elevada pureza.

20. Otro objeto es producir el azufre en masa en forma de bloques.

Estos y otros objetos de este invento resultarán más evidentes, sin dificultad, al leer la exposición descriptiva siguiente, en combinación con los dibujos.

25. De acuerdo con este invento, el disulfuro de carbono se evapora de una solución de azufre en el mismo, en condiciones críticas de presión y temperatura para evitar la precipitación de azufre durante la concentración de la solución de este cuerpo, para obtener azufre
30. prácticamente exento de disulfuro de carbono.

De acuerdo también con este invento, se ha comprobado que si la evaporación de disulfuro de carbono de una solución de azufre en el mismo se realiza a una presión de 1,100 mm. de mercurio o superior, el producto contiene
35. 96% de azufre y en ningún momento, durante la concentración, se observa precipitación de azufre.

Además, cuanto más elevada sea la temperatura de ebullición empleada, tanto menor resulta la cantidad residual de disulfuro de carbono en el producto final.

40. Sin embargo, las temperaturas más elevadas, por

30 JUN 1957
229557
CENTIMOS

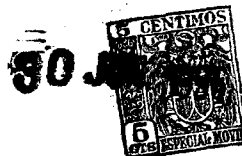
ejemplo 159°C, producen soluciones altamente viscosas que obstaculizan el proceso de transmisión de calor desde los serpentines de vapor empleados en el caldeo de la solución.

45. Con preferencia, es conveniente una temperatura de 130-140°C, y la presión, preferentemente usada, es de 1,100 a 1,500 mm. de mercurio, aunque pueden utilizarse presiones de 2,000 a 3,000 mm. de mercurio.

50. La solución de azufre resultante es un líquido caliente de una pureza del 96% en cuanto al azufre; sin embargo la pequeña proporción de disulfuro de carbono puede eliminarse por un proceso de riego o rociado con vapor, para producir un azufre de una pureza, prácticamente del 99,6% que puede agotarse con vapor para obtener
55. azufre de una pureza del 100%.

60. Son posibles distintos tipos de aplicación práctica de este invento, algunos de los cuales se describen a continuación. Así, el tipo aclaratorio más sencillo es la evaporación del disulfuro de carbono de una solución de azufre en el mismo, en un autoclave a presión superatmosférica, dotándose el autoclave de una abertura de salida entre el espacio de vapor en el mismo y un serpentín condensador para condensar el
65. disulfuro de carbono evaporado a dicha presión superatmosférica.

70. Otro tipo de aplicación de este invento, consiste en evaporar el disulfuro de carbono de dos depósitos comunicantes dotados de un conducto para la circulación continua de la solución de azufre entre aquellos. En este tipo de aplicación (no representado) ambos autoclaves



229557

- o depósitos resistentes a la presión están provistos de presiones iguales y superatmosféricas sobre la superficie de la solución de azufre. Como es natural, al evaporarse el disulfuro de carbono de la solución del
75. primer depósito, ésta adquiere una mayor concentración de azufre y su punto de ebullición se eleva. Como resultado, la solución que pasa al segundo depósito a través del conducto común a los dos, tiene un punto de ebullición más elevado, y una concentración de azufre superior.
80. Además, la evaporación del disulfuro de carbono se realiza en el segundo depósito autoclave, para obtener una solución de azufre de una pureza deseada de, por ejemplo, 96%. Claro está que si se desea, en lugar de dos depósitos interconectados podrían usarse dos o tres de ellos comunicados en serie.
85. Sin embargo, para conseguir un aparato económico y ahorrar espacio, puede emplearse un autoclave común que tenga uno o más tabiques o placas colgantes de desviación en su interior, separando así el líquido contenido
90. en el autoclave, en dos o más departamentos interconectados en relación de comunicación del fluido por debajo de la placa; las placas están suspendidas en el autoclave único de tal modo que dejen un espacio libre por debajo de ellas. En otros términos, el borde inferior de las
95. respectivas placas se halla dispuesto separado de la superficie inferior del interior del autoclave. De este modo, el autoclave, en realidad, queda dividido en dos autoclaves interconectados; la placa de desviación o tabique funciona como un conducto tubular entre ambos.
100. Para mayor sencillez, el dibujo adjunto repre-



222557

105. senta un autoclave con una placa o tabique de separación en el interior, que divide el espacio del autoclave primitivo en dos cámaras de autoclave interconectadas por debajo de la placa. Claro está que tres placas colgantes separarían el autoclave primitivo en cuatro cámaras de autoclave interconectadas entre sí en serie, por debajo de las placas.

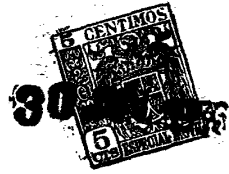
110. En este invento, el azufre que se obtiene de la evaporación del disulfuro de carbono sometido a presión superatmosférica, por ser del 96% de pureza, es suficientemente puro para muchos usos.

115. Con referencia al dibujo una solución de, por ejemplo, 25% de azufre disuelto en disulfuro de carbono, se introduce, por el conducto 1, al interior de un autoclave longitudinal 2, por el departamento anterior 3 del mismo. El autoclave 2 se dispone horizontalmente y está provisto de una placa anterior 4 a través de la cual se introduce un serpentín de vapor 5.

120. La cámara horizontal del autoclave que, con preferencia, funciona a una presión de 1,100 o 1,150 mm. de mercurio, como mínimo, está dividida por una placa desviadora colgante 6, en un departamento anterior 3 y otro posterior 7, interconectados por debajo de la placa 6.

125. Como se representa en el dibujo, el serpentín de vapor 5 se dispone junto al fondo del departamento 3 y se prolonga al interior del departamento 7, después de lo cual su dirección se invierte, retrocediendo hacia la placa anterior 4.

130. Un conducto 9 de salida del vapor de disulfuro



229557

de carbono está unido a la pared superior del autoclave 2 y comunica con el espacio o cámara de vapor del departamento 3 del mismo. Además, a la pared superior del autoclave 2 está unida una salida de vapor 10 que comunica
135. con el departamento 7 de aquel.

La temperatura de la solución de azufre en el departamento 3 es, con preferencia, de unos 70°C, mientras que en el departamento 7 es de 130°C aproximadamente.

La solución de azufre concentrada bajo presión en el autoclave, se conduce desde el departamento 7 al
140. conducto 11 de salida de líquido y contiene alrededor del 4% de disulfuro de carbono. Para establecer la presión superatmosférica necesaria en el autoclave, puede sujetarse a los conductos 9 y 10 de salida de vapor una válvula reguladora convencional (no representada).
145.

El aparato y el procedimiento que acaban de describirse, producen un azufre de una pureza aproximada del 96%, y constituyen un aparato completo y un procedimiento completo.

Sin embargo, este azufre puede elevarse opcionalmente a una pureza del 99,6%. Para obtener esta pureza, la solución caliente de azufre del último departamento del autoclave con respecto al conducto de entrada 1, se traza con vapor vivo, de presión y temperatura convenientes, obtenido desde cualquier generador conveniente,
150. en el interior del tubo 8.
155.

Sin embargo, como se representa en el dibujo, en esta modificación el azufre líquido de una pureza aproximada de 99,6% y que contiene solamente alrededor de
160. 0,4% de disulfuro de carbono, se hace pasar por la acción

30

227557



165. de la bomba centrífuga 12 a la parte superior de una alta columna separadora 13, dispuesta verticalmente, alrededor de la cual se monta una camisa de vapor convencional impidiendo así el indebido enfriamiento de la columna.

170. En la base de la columna separadora 13 se introduce vapor vivo, por el conducto 15, mientras que el azufre líquido y caliente que solo contiene alrededor de 0,4% de disulfuro de carbono se introduce en un punto adyacente al extremo superior de la columna separadora 13.

175. El vapor vivo que contiene el disulfuro de carbono que se ha separado, sale de la parte superior de la columna separadora 13, por el conducto 16 y se lleva al interior del conducto 8 dispuesto en la base del departamento 7 del autoclave 2.

180. El funcionamiento de este procedimiento es, con preferencia, continuo y por vía de ejemplo, una solución de 11,35 kg. de azufre en 34,05 kg. de disulfuro de carbono se introdujo en el departamento 3 del autoclave 2, por el conducto 1. La presión mantenida en el autoclave, era de 1,200 mm. de mercurio. Se introdujo vapor en el autoclave por el conducto 5 para conseguir una temperatura de 70°C o poco menos.

185. La temperatura de la solución de azufre líquido del departamento 7 era de 130°C. El empleo del tabique 6 reduce en realidad el área del conducto del serpentín 5 empleada para la transmisión de calor en el autoclave, aproximadamente a la cuarta parte de la superficie conse-
190. guida si no se hubiera empleado el tabique 6.



30
229557

195. Durante el funcionamiento del aparato, la presión en los departamentos 3 y 7 es aproximadamente o prácticamente la misma. El vapor que sale por el tubo 9 está constituido por 31,73 kg. de disulfuro de carbono, mientras que el de la salida 10 está formado por 2,32 kg. de disulfuro de carbono y 4,54 kg. de vapor de agua.

200. En esta construcción el vapor vivo constituido por 4,54 kg. de agua y 0,045 kg de disulfuro de carbono, procedente de la columna separadora 13 se lleva al conducto de riego 8. Este vapor vivo procedente del conducto 16, reduce la presión parcial del disulfuro de carbono en el vapor, sobre el líquido, a 1/10 aproximadamente de la presión que existiría si no se hubiera empleado vapor vivo. La camisa de vapor 14, impide la pérdida de calor del vapor vivo en la columna separadora. El azufre desplazado por la bomba 12, en este ejemplo, está constituida por 11,35 kg. de azufre que contienen 0,045 kg. de disulfuro de carbono. La cantidad de vapor vivo empleado en la columna separadora es de 205. 4,54 kg. siendo la temperatura de esta columna 130°, aunque puede trabajarse a temperaturas de 120°C a 210. 150°C; la presión empleada en la columna separadora, es, con preferencia, de unos 1,800 mm. de mercurio.

215. El producto final obtenido en el fondo de la columna separadora 13, por el conducto 17, es azufre prácticamente puro con un contenido de 100% de azufre prácticamente.

220. Con preferencia, este azufre se vierte en moldes para formar planchas o losas de unos 1,360 kg. Es muy conveniente el empleo de grandes losas de 30 cm.



229557

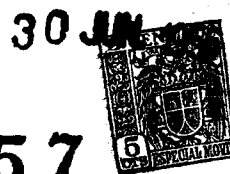
de grueso aproximadamente y de 1,20 metros de ancho y 1,80 metros de largo. Entre las ventajas que ofrece el empleo de planchas figuran la facilidad de realizar el inventario del material en el almacén, la ausencia de polvo y finos de azufre, y la desaparición de la contaminación por polvo durante el almacenamiento.

Este invento se ha descrito para aclararlo, pero no debe considerarse limitado a la descripción. Así, en el departamento anterior 3 del autoclave 2, puede utilizarse una gama de temperaturas variable desde 60 a 100°C mientras que la temperatura del departamento posterior, se mantiene entre 110 y 150°C por el vapor vivo del conducto 5. Sin embargo, en el departamento anterior 3 se mantiene una gama preferida de temperaturas variable de 70 a 80°C, ya que con estas temperaturas se obtiene una transmisión óptima de calor del vapor del conducto 5.

Ya descrito este invento, a los peritos en la materia les resultarán evidentes otras modificaciones que están comprendidas dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

N O T A

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 alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Norteamérica con fecha 1ª de julio de 1955, nº 519.518, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que



229557

conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento y aparato para la obtención de azufre prácticamente puro, partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono"; caracterizándose por lo siguiente:

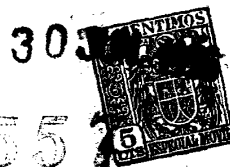
255. 1ª.- Procedimiento para la obtención de azufre prácticamente puro, partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono, caracterizado por comprender el evaporar el disulfuro de carbono a una presión superatmosférica.

260. 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque la presión superatmosférica es desde unos 1,100 mm. de mercurio a 3.000 mm. de mercurio aproximadamente.

270. 3ª.- Procedimiento, para la obtención de azufre prácticamente puro, partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono, caracterizado por la evaporación continua del disulfuro de carbono de una solución de azufre en el mismo, y por comprender el evaporar continuamente la solución líquida de disulfuro de carbono, sometida a presión superatmosférica, en fases distintas y continuamente interconectadas con relación líquida.

275. 4ª.- Procedimiento para la obtención de azufre prácticamente puro, partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono, caracterizado por obtenerse una solución de azufre de concentración elevada, partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono de concentración relativamente baja, y por comprender el

280.



285. introducir la solución líquida y de baja concentración, en disulfuro de carbono, en un primer autoclave, sometida a condiciones superatmosféricas, el evaporar el disulfuro de carbono a presión superatmosférica, parcialmente en dicho primer autoclave; el conducir la solución parcialmente evaporada desde el primer autoclave al interior de un segundo autoclave, y el evaporar, a presión superatmosférica la solución en disulfuro de carbono parcialmente evaporada, en el segundo departamento,

290. para obtener azufre prácticamente exento de disulfuro de carbono.

5^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 4^a, caracterizado por comprender el introducir vapor libre en el segundo departamento, para

295. llevar a cabo una presión parcial reducida de disulfuro de carbono en la presión superatmosférica citada.

6^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 4^a, caracterizado porque la presión en ambos departamentos, es, por lo menos de 1,100 mm.

300. de mercurio.

7^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 4^a, caracterizado porque el primer autoclave y el segundo son, en realidad, cámaras de un autoclave dividido por un tabique parcial o placa que

305. permite la comunicación líquida entre dichos autoclaves por la parte inferior de dicha placa o tabique.

8^a.- Procedimiento, para la obtención de azufre prácticamente puro, partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono, caracterizado por comprender el

310. introducir continuamente la solución de azufre en un



autoclave con una presión interior de entre unos 1,100 mm. de mercurio y 3.000 mm. de mercurio aproximadamente; el calentar continuamente la solución en el autoclave en dos departamentos o etapas; en la primera, de 60°C a 100°C y a la presión mencionada, y en la segunda, de 110°C a 150°C, también a la presión indicada; el hacer circular continuamente la solución concentrada, desde el primer departamento al segundo, y el eliminar continuamente disulfuro de carbono, sometido a dicha presión superatmosférica, del primer departamento.

9ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 8ª, caracterizado por comprender el introducir vapor vivo en la solución calentada de azufre que se encuentra en el segundo departamento; el crear una presión combinada de vapor corriente y vapor de disulfuro de carbono igual a los 1,100 a 3,000 mm. de mercurio mencionados, en el segundo departamento; el eliminar cantidades residuales de disulfuro de carbono de la solución de azufre del segundo departamento debidas a la presión parcial del disulfuro de carbono en el mismo, para obtener un azufre líquido de una pureza aproximada del 99,6%.

10ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 9ª, caracterizado por comprender el purificar mediante vapor vivo el azufre líquido mencionado de una pureza del 99,6% para obtener azufre de una pureza del 100% prácticamente.

11ª.- Aparato para la aplicación práctica del procedimiento especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por comprender un autoclave;



229557

un tabique o placa colgante dispuesto en dicho autoclave para dividirlo en dos departamentos en comunicación; dicho autoclave tiene una abertura en cada departamento para la retirada de vapor, y además una abertura en el primer departamento, para introducir en éste la solución líquida a concentrar; medios de conducción dispuestos interiormente, y junto a la pared inferior del autoclave, para calentar la solución dispuesta, en comunicación, en los dos departamentos interconectados del autoclave.

350. 12ª.- Aparato, según lo especificado en la reivindicación 11ª, caracterizado por comprender medios para introducir vapor vivo en el segundo departamento citado, y medios para retirar del misma la solución concentrada.

355. 13ª.- Aparato, según lo especificado en la reivindicación 11ª, caracterizado por comprender una bomba para la extracción de la mencionada solución concentrada; una columna purificadora a vapor, para purificar dicha solución librándola de los productos volátiles que contenga, y además porque los medios para introducir vapor libre en el segundo departamento están acoplados con la columna separadora a vapor, por cuyo medio el vapor de ésta se introduce en el segundo departamento citado.

360. 14ª.- Procedimiento para la obtención de azufre prácticamente puro, partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono, caracterizado por permitir la preparación del azufre en bloques y por comprender el verter azufre fundido, prácticamente puro, en moldes de varios centenares de kilogramos de capacidad, el enfriar

370.

30 JUN 1956



229557

dicho azufre fundido hasta su solidificación en los moldes, y el retirar el azufre solidificado en bloques de los moldes mencionados.

15^a.- Procedimiento y aparato para la obtención de azufre prácticamente puro partiendo de una solución de azufre en disulfuro de carbono; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

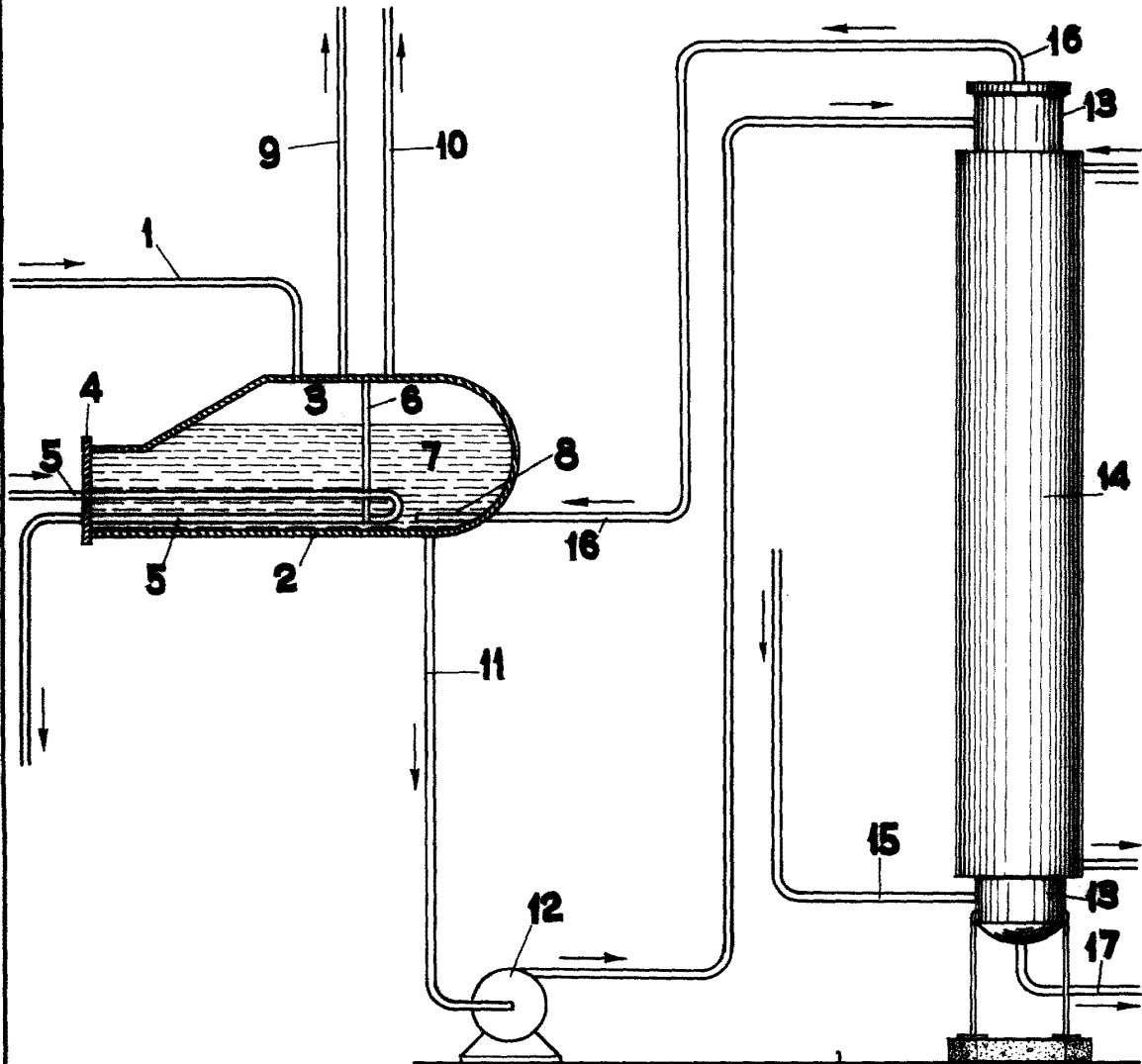
30 JUN 1956
CHEMIPATENTS, Inc.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
P. P.



30

229557



MADRID DE 30 JUN 1956 DE 1956
CHEMPATENS INC.
P. P.

J. GÓMEZ ABERO Y MODET
P. P.

ESCALA VARIABLE