

258.058

P.- 19.645

Folio 31.912

30 MAY. 1960



258058

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 13 de Mayo de 1960, con el número 258.058

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de NORTH WESTERN GAS BOARD y THE CLAYTON ANILINE COMPANY LIMITED, entidades británicas, establecidas en 60 Whitworth Street, la 1ª y la 2ª en 505 Ashton New Road, ambas en Manchester, Inglaterra, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA ELIMINAR SULFURO DE HIDROGENO DESDE HIDROCARBUROS LIQUIDOS".

Este invento se refiere a la eliminación de sulfuro de hidrogeno o ácido sulfhídrico que se encuentra en hidrocarburos líquidos.

De acuerdo con el invento, los hidrocarburos líquidos se ponen en contacto con un líquido acuoso de lavado que contiene una solución alcalina de uno o más ácidos antraquinona disulfónicos, con lo cual el ácido sulfhídrico se oxida y se libera azufre, y el ácido o ácidos antraquinona disulfónicos reducidos

258058



se reoxidan por medio de oxígeno o de un gas que le contenga.

Para la utilización en este procedimiento, son adecuados todos los isómeros conocidos del ácido antraquinona disulfónico. Estos isómeros son:

5 Acido antraquinona- 1.5 - disulfónico.

Acido antraquinona - 1.6 - disulfónico.

Acido antraquinona- 1.7 - disulfónico.

Acido antraquinona- 1.8 - disulfónico.

Acido antraquinona- 2.6 - disulfónico.

10 Acido antraquinona- 2.7 - disulfónico.

Tambien pueden usarse ventajosamente mezclas de estos isómeros, incluyendo las mezclas que se encuentran en el comercio, que contienen ácidos 1.5/1.8- o 2.6/2.7 antraquinona disulfónicos y posiblemente pequeñas cantidades de otros isómeros.

15

La solución acuosa de lavado tiene un pH mayor de 7, siendo el valor preferido de 8,5 a 9,5. El pH que se desee y la concentración de álcali total pueden conseguirse añadiendo álcalis tales como sosa cáustica, potasa cáustica, amoníaco o carbonatos o bicarbonatos de sodio, potasio o amonio o bases orgánicas tales como las alcanolaminas.

20

El líquido hidrocarbonado y el líquido de lavado pueden hacerse pasar en contracorriente a través de un lavador. El líquido de lavado usado puede cargarse junto con aire por la base de una torre de oxidación, donde el material se oxida completamente antes de ser recirculado al lavador. Durante la reducción del compuesto de antraquinona por el ácido sulfhídrico se libera azufre y se separa del líquido, por ejemplo, por filtración antes o después de que se ha regenerado la solución.

25

30

Alternativamente, el líquido que se quiere purificar y



258058

el líquido de lavado pueden hacerse pasar en corriente del mismo sentido, con aire o con otro gas oxidante, a través de una columna de mezclado donde se produce un flujo turbulento. La mezcla se pasa después a un separador, donde se deja escapar
5 el gas mientras que el líquido que se quiere purificar y el líquido de lavado se separan y pueden retirarse por separado. El líquido hidrocarbonado, liberado ahora de ácido sulfhídrico, se retira por la parte superior del separador, mientras que el líquido de lavado, regenerado mediante el gas oxidante, se saca por la parte inferior, junto con el azufre, que se separa,
10 por ejemplo, por filtración, antes de volver el líquido a la columna de mezclado.

El procedimiento puede realizarse de modo discontinuo, haciendo reaccionar la solución acuosa alcalina con el hidro-
15 carburo líquido que contiene ácido sulfhídrico, hasta que se ha eliminado por completo dicho ácido sulfhídrico, y según sean las condiciones de reacción, la totalidad o una parte del compuesto de antraquinona se reduce total o parcialmente al estado leuco, después de lo cual se regenera la solución con oxígeno
20 o con un gas que le contenga. El azufre precipitado puede eliminarse antes o después de haber regenerado la solución.

Los ácidos antraquinona disulfónicos y las mezclas de los mismos tienen las siguientes propiedades que les hacen particularmente ventajosos para los fines del presente invento.

25 1. Son compuestos estables que no se descomponen prácticamente bajo las condiciones de aplicación, por ejemplo, en presencia de hierro y álcali, y pueden utilizarse repetidas veces de modo indefinido, con poca o ninguna pérdida.

2. No son tóxicos.

30 3. Son solubles en agua tanto en estado oxidado como re-



258058

ducido.

4. Su precio es razonable.

5. Tienes una velocidad de reacción en lo que se refiere tanto a la reducción como a la oxidación, que es adecuada para que el procedimiento pueda realizarse de modo económico.

Mediante este procedimiento pueden tratarse benzol crudo o productos de petroleo que contengan ácido sulfhídrico, en una etapa, para la eliminación completa de ácido sulfhídrico. El procedimiento tiene además la ventaja sobre otros procedimientos conocidos de que se recupera el azufre en forma comercial.

En los dibujos que se adjuntan,

La figura 1 representa esquemáticamente una disposición adecuada de aparato para poner en práctica el método de acuerdo con el invento según se describe en el Ejemplo 1 que se da a continuación.

La figura 2 representa esquemáticamente otra disposición de aparato adecuado para poner en práctica el método que se describe en el Ejemplo 2.

Los siguientes ejemplos ilustran la forma en que puede realizarse el invento.

EJEMPLO 1

Se utiliza un aparato según se representa esquemáticamente en la figura 1. Un aceite hidro-refinado, con un contenido inicial de ácido sulfhídrico de 0,29 % en peso, se carga desde un depósito 1 a la tubería de entrada de una bomba 2, en la que se carga también un líquido de purificación constituido, por 100 partes en peso, de 0,5 partes de un ácido antraquinona disulfónico comercial (58 % de ácido 1.5-antraquinona disulfónico, 29 % de ácido 1.8-antraquinona disulfónico, 2,4 % de ácido

258058



1.6-antraquinona disulfónico y 10.6 % de ácido 1.7-antraquino-
na disulfónico) y 98,5 partes de agua, ajustado a pH 9 median-
te adición de una parte de álcali (carbonato sódico/bicarbona-
to sódico). Este líquido se suministra desde un tanque 3. La
5 bomba 2 suministra la mezcla de aceite y líquido a una vasija
de extracción 4 donde fluye en sentido ascendente de modo tur-
bulento, mientras se produce la reacción por la cual se adsor-
be ácido sulfhídrico y se oxida con liberación de azufre, y el
ácido antraquinona disulfónico se reduce. Se deja entrar aire a
10 la vasija 4 por 5, y en la parte superior de la vasija 4 se re-
oxida el ácido antraquinona disulfónico.

La mezcla pasa luego por una tubería 6 a una columna pro-
vista de relleno, 7, dispuesta en la parte superior de un sepa-
rador 8. En la columna 7, el aire escapa y la mezcla se degrada
15 y en el separador 8, se separan las fases de aceite y agua. El
aceite purificado pasa desde la parte superior del separador 8
a una vasija colectora 9, mientras que el líquido pasa desde el
fondo del separador a un filtro de vacío rotatorio 10 donde el
azufre se separa, pasando luego el líquido al tanque 3.

20 Los materiales son suministrados en proporciones relati-
vas de tres volúmenes de aire y dos volúmenes de líquido acuoso
para un volumen de aceite, siendo la velocidad de flujo tal que
no haya ácido sulfhídrico presente en el aceite contenido en la
vasija 9.

25

EJEMPLO 2

Se usa un aparato según se representa esquemáticamente en
la figura 2. Un aceite destilado medio que contiene 0,06 % de
ácido sulfhídrico, se suministra desde un depósito 11 al fondo
30 de una vasija de extracción en contracorriente 12 del tipo gene-



253058

ralmente denominado contactor de disco giratorio, y se suministra desde el tanque 13, a la parte superior de la vasija 12, a través de un tubo mirilla 14, un líquido de purificación que contiene, por 100 partes en peso, 0,5 partes de sal disódica del ácido antraquinona 2.6/2.7 - disulfónico, 3 partes de carbonato sódico y suficiente ácido bórico para rebajar el pH a 9, siendo el resto agua. El aceite sale de la vasija 12 por la parte superior y entra en su separador 15, separándose cualquier licor acuoso arrastrado o retornándose a la vasija 12 por 16, mientras que el aceite continua hasta un depósito 17. El líquido sale de la vasija 12 por el fondo y entra en un separador 18 donde se separa el aceite arrastrado para ser devuelto a la vasija 12 por 19, desviándose el líquido por una tubería de rebalse 20 hasta un contactor de disco giratorio 21 que sirve como oxidador. Se sopla aire en el oxidador a través de un dispositivo medidor 22, y sale del oxidador por 23. El líquido que sale del oxidador 21 pasa a un filtro de vacío 24 para separar el azufre, y desde el colector de filtrado 25 se retorna al tanque 13 por medio de una bomba 26. Las válvulas 27 y 28 permiten regular el flujo de aceite y de líquido.

El flujo de aceite se ajusta de manera que el aceite que penetra en el tanque 17 está libre de ácido sulfhídrico. El volumen de líquido necesario es doble del volumen de aceite, y la cantidad de aire necesaria para la regeneración del líquido es triple que el volumen de aceite.

EJEMPLO 3

Se trata un aceite como en el Ejemplo 2, en un aparato tal como se representa en la figura 2, con un líquido que contiene, por 100 partes en peso, 0,2 partes de sal disódica de

258058



ácido antraquinona - 2.6/2.7 disulfónico, dos partes de bórax y suficiente ácido bórico para rebajar el pH a 8,8, siendo el resto agua. Las velocidades relativas de flujo se indican en el Ejemplo 2.

5

EJEMPLO 4

Se trata benzol crudo que contiene 0,05 % de ácido sulfhídrico en un aparato según se representa en la figura 2, con un líquido que contiene por 100 partes en peso, 0,5 partes de sal disódica de ácido antraquinona - 2.6/2.7 - disulfónico, 3 partes de carbonato sódico y suficiente ácido acético para rebajar el pH a 8,8, siendo el resto agua. Los materiales se suministran en las porporciones de tres volúmenes de aire y un volumen de líquido acuoso para un volumen de benzol, siendo la velocidad de flujo tal que el benzol tratado no contenga ácido sulfhídrico.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña el 14 de Mayo de 1.959 con el número 16.542/59 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

25

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1ª.- Un procedimiento para eliminar sulfuro de hidrógeno desde hidrocarburos líquidos, en el cual los hidrocarburos

30

258058

30



líquidos son puestos en contacto con un líquido acuoso de lavado que comprende una solución alcalina de uno o más ácidos antraquinona disulfónicos con lo cual el sulfuro de hidrógeno se oxida quedando en libertad azufre, y el ácido o ácidos antraquinona-
5 disulfónicos reducidos es o son oxidados nuevamente por medio de oxígeno libre o de un gas que lo contenga.

2^a.- Un procedimiento según el punto 1^a, en el cual se usa una solución de una mezcla de ácidos antraquinona-disulfónicos isómeros.

10 3^a.- Un procedimiento según el punto 2^a, en el cual se usa una solución de una mezcla que contiene ácidos 2,6 y 2,7-antraquinona-disulfónicos.

4^a.- Un procedimiento según el punto 2^a, en el cual se usa una solución de una mezcla que contiene ácidos 1,5 y 1,8-antraquinona-disulfónicos.
15

5^a.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual la solución es llevada al valor deseado de pH por encima de 7 por la adición de un álcali o de una base orgánica.

20 6^a.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual la solución es hecha pasar por un filtro para retirar azufre libertado, ya antes, ya después de la regeneración.

7^a.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual el líquido hidrocarburado y el líquido de lavado son hechos pasar en contracorriente por un lavador y el líquido de lavado usado es alimentado con un gas consistente en
25 o que contiene oxígeno libre a una torre de oxidación en la cual el material es oxidado como preparación a su recirculación al
30 lavador.

258058



8^a.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual el hidrocarburo líquido y el líquido de lavado son hechos pasar en corrientes de igual sentido a través de una columna mezcladora a la cual es suministrado un gas que consiste en o que contiene oxígeno libre y en la cual ocurre un flujo turbulento.

9^a.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual, por lo menos una parte del material de que está hecho el aparato usado para llevar a cabo el procedimiento y con el cual se pone en contacto la solución, consiste en hierro.

10^a.- Un procedimiento para eliminar sulfuro de hidrogeno desde hidrocarburos líquidos.

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

Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 30 MAY. 1960

P. A.

Alfredo de Elzabur
Ingeniero



258058

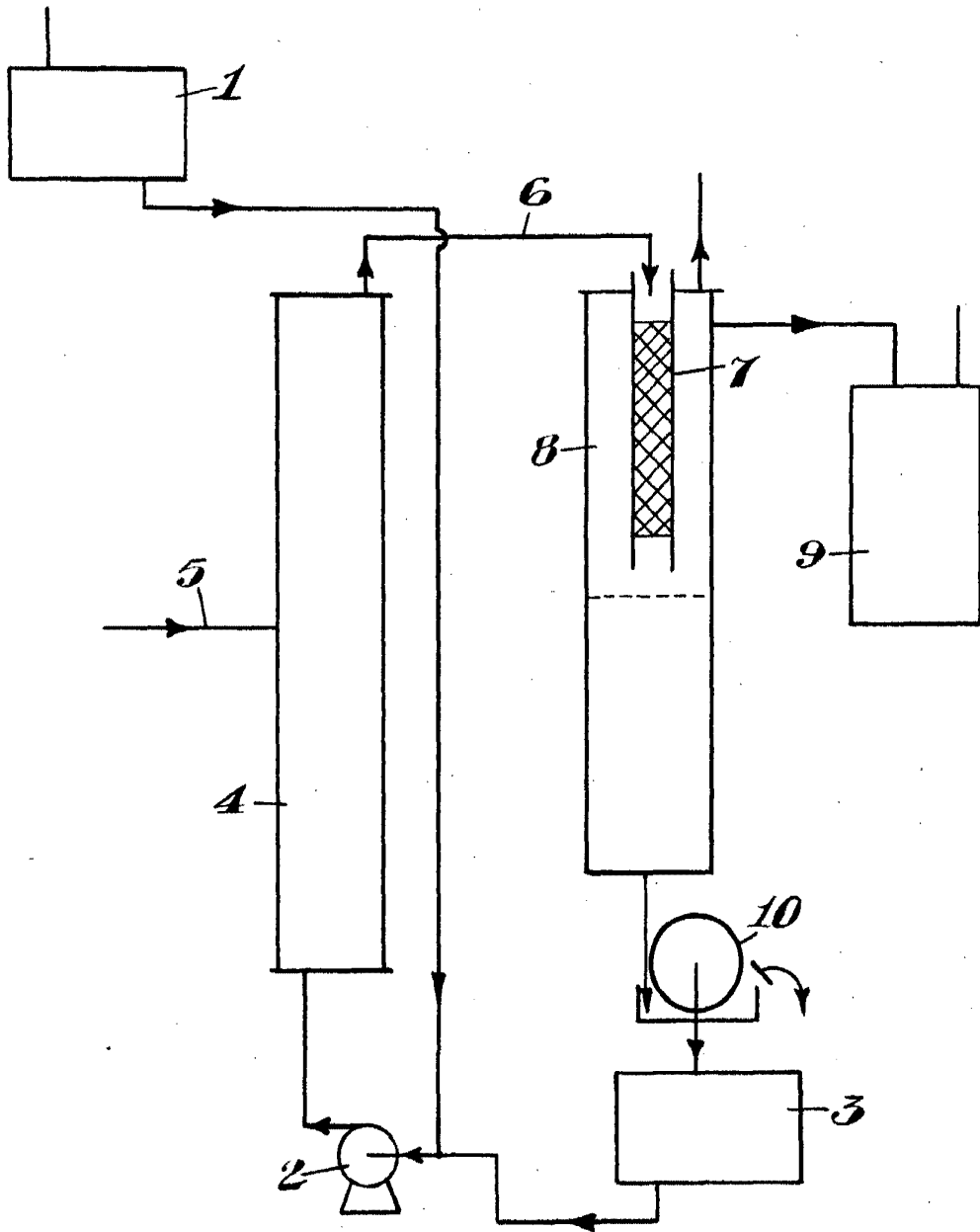


Fig. 1.

made to order
E. J. Carter

258 58

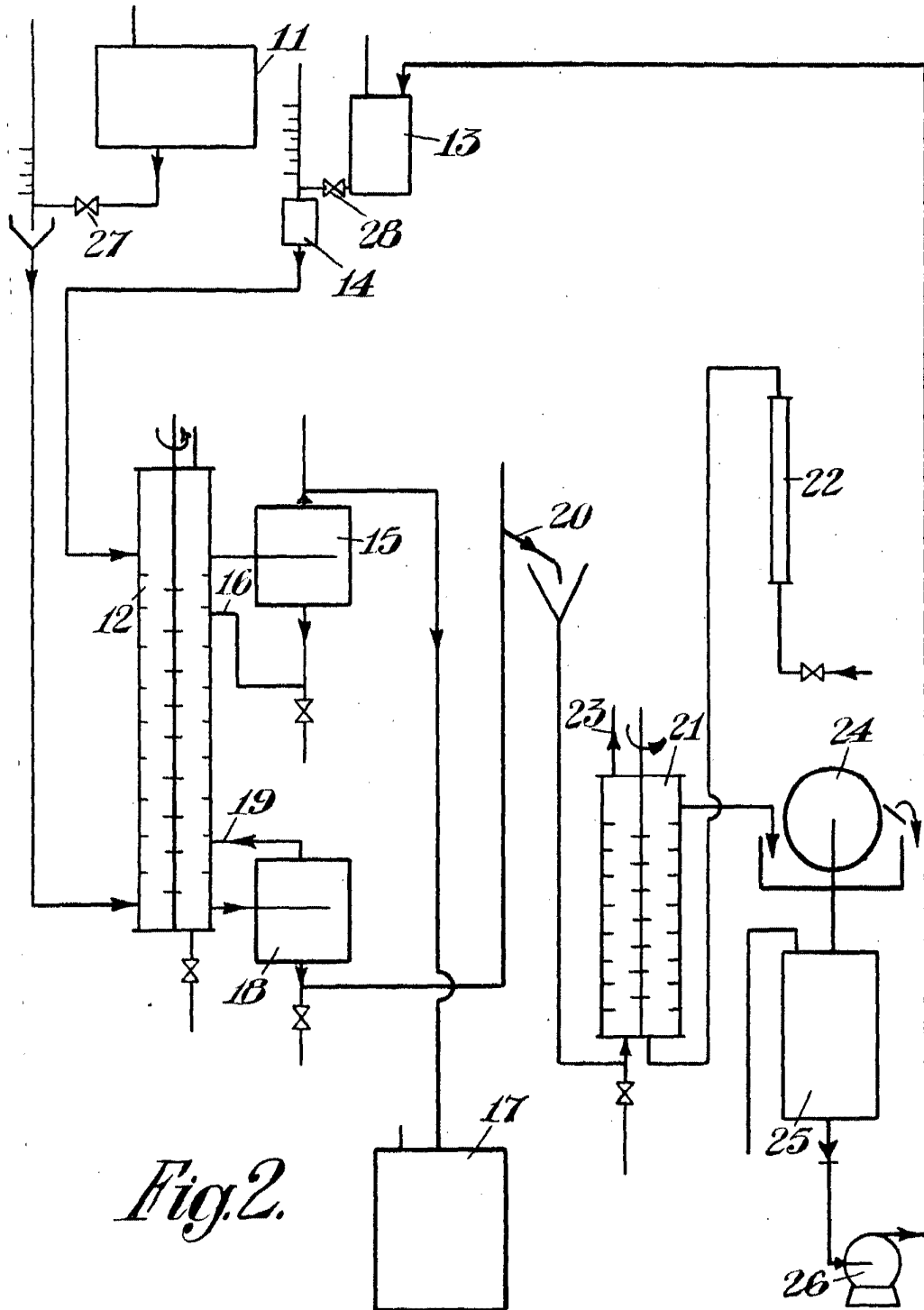


Fig. 2.

Carl