



273425

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "PROCEDIMIENTO PARA LA

PRODUCCION CONTINUA DE DIOXIDO DE AGUERE"

a favor de

STAUFFER CHEMICAL COMPANY

domiciliado en 380 Madison Avenue, NEW YORK, N.Y. EE.UU.

PRIORIDAD: De la Solicitud de patente estadounidense
número 80,605 del 4-ENERO-1961

INVENTOR: Harvey Zeh Hurlburt(estadounidense)



Esta invención se relaciona con un procedimiento para la -
 preparación de dióxido de azufre. En particular, se relaciona con -
 un procedimiento continuo de fácil realización para la producción de
 dióxido de azufre mediante reacción entre trióxido de azufre y azu -
 fre en un medio de ácido sulfúrico.

5

La presente invención proporciona un procedimiento para la
 producción continua de dióxido de azufre, que comprende la introduc-
 ción de azufre y trióxido de azufre en una masa agitada de azufre -
 fundido y ácido sulfúrico de una acidez del 100 al 101%, introduciéndo
 se el azufre y el trióxido de azufre en proporciones que mantengan -
 la relación entre ácido sulfúrico y azufre entre 30:1 y 2:1 e intro-
 duciéndose el trióxido de azufre por debajo de la superficie de la -
 masa agitada, que se mantiene a una temperatura de 120 a 150° C.

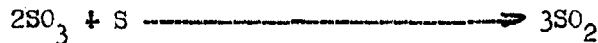
10

La relación entre ácido sulfúrico y azufre se mantiene pre-
 feriblemente en un valor comprendido entre 5:1 y 15:1. La temperatu-
 ra de la mezcla en reacción se mantiene ligeramente por encima del -
 punto de fusión del azufre (120° C) y preferiblemente entre 132 y -
 138° C. Es posible operar a una temperatura superior a 150° C, pero a
 una temperatura muy superior a ésta, el producto tiende a contaminar
 se con azufre.

15

20

La completa reacción química del procedimiento de la pre-
 sente invención puede representarse por la ecuación:



Como puede verse mediante una inspección de la anterior ecuación, tan-
 to el azufre como el trióxido de azufre introducidos en el medio -
 de la reacción son empleados por ésta para formar dióxido de azufre,
 consumiéndose dos moléculas-gramo de trióxido de azufre por cada mo-
 lécula-gramo de azufre. Para asegurar las condiciones continuas y sua-
 ves en la realización que permiten la producción de dióxido de azufre
 de elevada calidad, es esencial que el trióxido de azufre y el azufre

25

30



5 se introduzcan en el medio de la reacción en las adecuadas proporciones relativas, como queda explicado anteriormente. Si la relación entre ácido y azufre pasa de 30, el ritmo de la reacción resulta entorpecido por la escasez de azufre en el reactor. Por otra parte, si la relación desciende por debajo de 2, la gran cantidad de azufre en el reactor tiende a entorpecer la reacción completa que es grandemente - facilitada por la solución del trióxido de azufre en el ácido antes - de reaccionar con el azufre fundido.

10 Debe destacarse que de acuerdo con la presente invención, no hay necesidad de retirar óleum ni ácido sulfúrico del reactor. La eliminación de este requisito representa una de las grandes ventajas de la presente invención sobre el arte anterior.

15 Otra importante diferencia entre el procedimiento de la presente invención y el del arte anterior es la de que esta invención - emplea ácido sulfúrico en lugar de óleum como medio de reacción. El - proceso es auto-regulador, manteniéndose la concentración del ácido - continuamente a un valor muy ligeramente superior al 100% cuando se - mantienen la adecuada temperatura y relativas proporciones de adición de los reactivos. La concentración del ácido no puede descender por 20 debajo del 100% desde el momento en que se halla presente el trióxido de azufre, habiendo siempre suficiente azufre presente para impedir - la acumulación del trióxido de azufre mediante reacción con el mismo muy rápidamente. La concentración del ácido nunca pasa por consiguien 25 te del 101%.

30 Es esencial que el reactor sea agitado para llevar a cabo la reacción de una manera comercialmente factible. Como la reacción es exotérmica, se dota al reactor de una camisa de agua para su refrigeración. El trióxido de azufre puede introducirse en la mezcla -

273425



5 en reacción como líquido o gas y el azufre puede introducirse como sólido o en condición fundida. La adición de azufre no tiene que ser continua, sino que convenientemente puede ser gradual. El uso de trióxido de azufre líquido y de azufre sólido tiende a reducir la carga de refrigerante, pero en cualquier caso el enfriamiento puede efectuarse fácilmente mediante la camisa de agua.

10 Otra ventaja de la presente invención es la de que se realiza adecuadamente a la presión atmosférica. Si se desea, pueden emplearse otras presiones, pero lo importante es que el uso de elevada presión no es necesario.

15 La reacción de la presente invención puede comprenderse claramente con referencia al adjunto dibujo, que muestra un esquema de un tipo preferido de recipiente de reacción. En el dibujo, 1 representa una camisa de agua rodeando a un recipiente de acero para reacciones forrado de vidrio, designado por 14. El recipiente contiene una mezcla 13 de ácido sulfúrico y azufre fundido. Está equipado con un agitador 2 accionado por un motor 3. El azufre penetra en la mezcla a través de un conducto 5 dotado de una camisa de vapor de agua. El trióxido de azufre entra en la mezcla en reacción a través de una tubería de rociado 6. 7 representa un par termoelectrónico y 8 es un elemento sensible a los niveles líquidos. 9 es una salida para el gas de dióxido de azufre producido por la reacción. 10 y 11 representan respectivamente la entrada y la salida del agua en circulación de la camisa 1. 12 representa un desagüe de servicio y 4 una entrada de servicio a través de la cual se añade el ácido sulfúrico antes de empezarse la reacción.

25 El siguiente ejemplo ilustra la invención. En este ejemplo, el aparato mostrado en el adjunto dibujo fue el utilizado.

EJEMPLO

30 El recipiente de reacción tenía una capacidad de 3785 li -



5 tros y estaba forrado de vidrio, siendo él de acero, de 1,525 metros de diámetro y 1,83 metros de altura, equipado con una camisa de agua 1 para la separación de calor exotérmico de la reacción. La camisa - estaba también provista de una entrada para vapor de agua y trampa - para condensado (no mostrada en el dibujo), de manera que pudiese em- 5 plearse vapor de agua en la camisa para el calor inicial de partida. El reactor estaba equipado de un agitador 2 accionado a 105 rpm por medio de un motor eléctrico 3 de 7-1/2 caballos.

10 El proceso se inició como sigue: se bombearon al interior del recipiente aproximadamente 2650 litros de ácido sulfúrico comercial al 98% a través de la entrada de servicio 4. Se puso en marcha - el agitador y se llevó el ácido a una temperatura de 127-138°C, indi- cada por el par termoeléctrico 7, mediante el uso de vapor de agua en la camisa del reactor. Luego se añadió azufre fundido a través de un 15 conducto 5 provisto de camisa de vapor, hasta que la relación entre - ácido y azufre fué de 5:1 aproximadamente. Luego se inyectó trióxido de azufre en forma de vapor a 121-150° C aproximadamente, a través - de una tubería de rociado 6 al interior de la mezcla agitada. Enton - ces se interrumpió la aportación de vapor de agua a la camisa del re- 20 actor y se suministró agua para mantener el contenido del reactor en el deseado nivel de temperatura, 127-138°C. Al aumentar la acidez del ácido sulfurico, en virtud de la adición de trióxido de azufre, a un valor ligeramente superior al 100%, las proporciones de reacción en- tre el trióxido de azufre y el azufre aumentaron hasta alcanzar el ni- 25 vel deseado. Bajo estas condiciones, el nivel de entrada continua de trióxido de azufre fué de 776 kg por hora. La adición de azufre fundi do fué controlada automáticamente por un elemento 8 sensible a los ni- veles de líquidos en el reactor y el valor medio de entrada fué de - 122 kg por hora. La presión de trabajo en el reactor fue sólo ligera- 30 mente superior al valor atmosférico, siendo aquélla considerada sufi



5 oiente para forzar al gas de dióxido de azufre a través del equipo de purificación usado para separar los vestigios de trióxido de azufre sin reaccionar, y hasta el equipo final de comprensión. La cantidad de producto final obtenido bajo estas condiciones fué de 739,6 kg de dióxido de azufre puro por hora. No se realizaron ningunas otras adiciones de ácido sulfúrico al reactor; solo se agregaron vapor de trióxido de azufre y azufre fundido. El único material que salió del reactor fué el gas de expulsión del mismo, principalmente dióxido de azufre conteniendo aproximadamente un 5% de trióxido de azufre no reaccionado. Este gas fué convenientemente purificado mediante 10 depuración con ácido sulfúrico comercial al 98%.

REIVINDICACIONES

En resumen la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

15 1.- Procedimiento para la producción continua de dióxido de azufre, caracterizado porque se introducen azufre y trióxido de azufre en una masa agitada de azufre fundido y ácido sulfúrico de un 100a un 101% de acidez, introduciéndose el azufre y el trióxido de azufre en ritmos que mantengan la relación entre ácido sulfúrico y azufre en un valor comprendido entre 30:1 y 2:1, introduciéndose el 20 trióxido de azufre por debajo de la superficie de la masa agitada, que se mantiene a una temperatura de 120 a 150° C.

25 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la relación entre ácido sulfúrico y azufre está comprendida entre 5:1 y 15:1.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2 caracterizado porque la temperatura se mantiene entre 132 y 138° C.

4.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION CONTINUA DE DIOXIDO DE AZUFRE".-

Todo ello según queda descrito en la presente Memoria que

- 7 -

273425



consta de 7 páginas escritas a máquina y dibujos adjuntos.

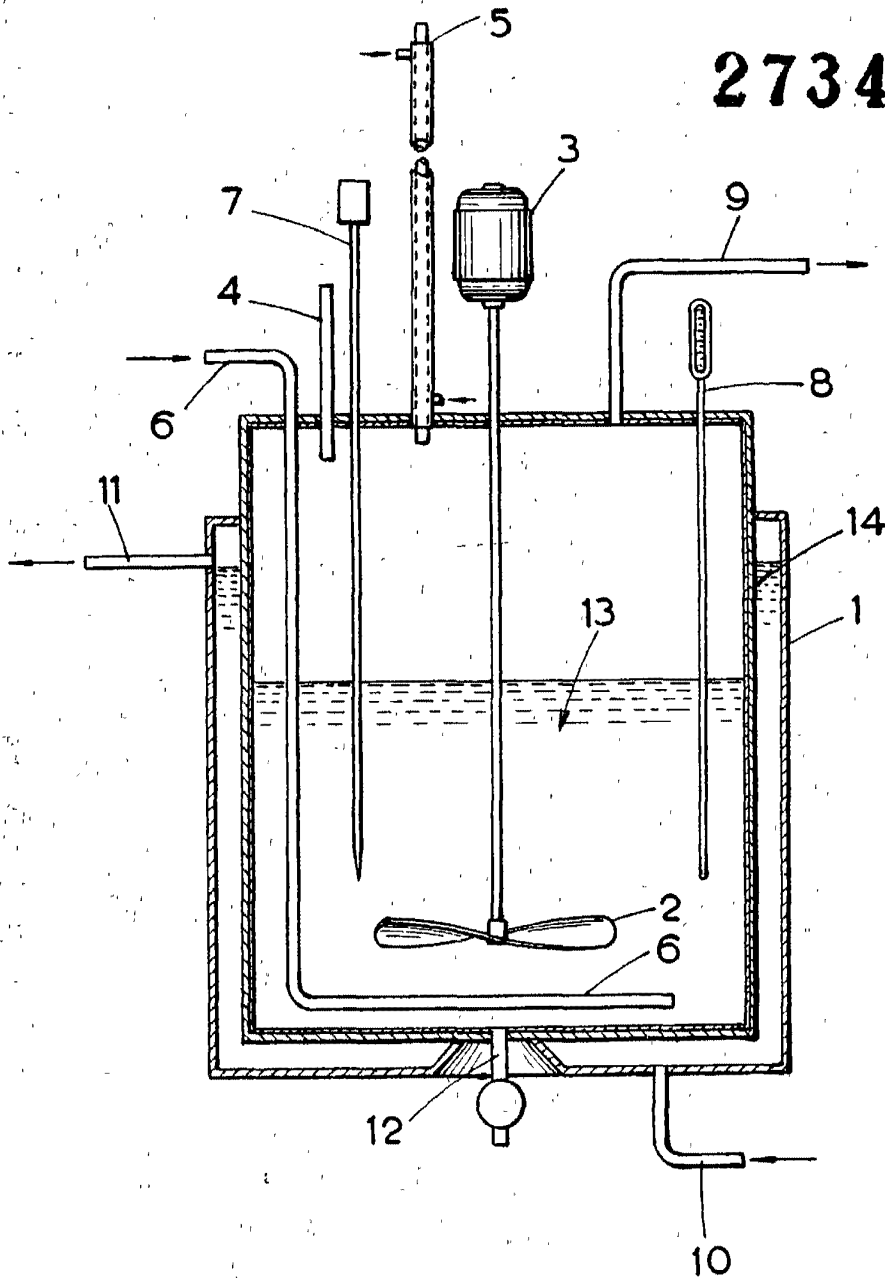
Madrid, 4 de Enero de 1.962

ALFONSO UNGRIA

P.P.



273425



ESCALA VARIABLE

MADRID, DE

R. FONSU ONDIA

R.P. *[Handwritten signature]*