

275205

P.- 22.396

Serie 917

275205



2 JUL 1962

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 6 de Marzo de 1962, con el Núm. 275.205

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE
ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE, entidad
francesa, establecida en 75, Quai d'Orsay, Paris, Fran-
cia, por:

"UN PROCEDIMIENTO Y APARATO DE DEPURACION DE
ACETILENO"

=====

El presente invento se refiere a un procedimiento
y un aparato para la depuración del acetileno por lavado
con ácido sulfúrico concentrado y luego por medio de una
solución de sosa.

5 El acetileno bruto, salido de la acción del agua
sobre el carburo de calcio, contiene entre otras impu-
rezas fosfina PH_3 , así como amoniaco, compuestos sulfu-
rados, arseniados y un poco de humedad. La depuración,

275205



en la industria del acetileno disuelto, consiste en llevar los contenidos de estas últimas impurezas a magnitudes muy pequeñas.

5 El lavado del acetileno por el ácido sulfúrico constituye un método de depuración suficiente para ciertas aplicaciones. En la industria del acetileno disuelto, es necesario sin embargo, para eliminar totalmente ciertos compuestos sulfurados, no eliminados o producidos por el ácido, proceder a un segundo lavado con ayuda de una solución alcalina.

10

Industrialmente se realizaba hasta ahora la depuración sulfúrica del acetileno por medio de aparatos de lavado de la clase "burbujeador" o de la clase "torre de absorción". En los aparatos del primer tipo, el gas es introducido en forma de burbuja por la parte inferior de un recipiente lleno de un líquido de lavado. En los aparatos del segundo tipo, el líquido de lavado y el flujo gaseoso circulan a contracorriente en una columna, estando asegurado el contacto necesario por un relleno conveniente del tipo anillos Raschig o silletas de Berl.

15

20

Estos diversos aparatos presentan diversos inconvenientes: las torres de absorción son voluminosas y costosas, mientras que los burbujeadores dan acetileno de una pureza insuficiente o requieren un consumo de ácido sulfúrico demasiado importante.

25

Uno de los objetos del presente invento es permitir la realización de una depuración perfecta y continua del acetileno bruto salido de la acción del agua sobre el carburo de calcio.

30

275205



Otro objeto del invento es realizar dicha depuración con un consumo de ácido tan pequeño como sea posible.

Otro objeto del presente invento es proporcionar un aparato de lavado de concepción sencilla, de precio y de volumen mas reducidos que los aparatos clásicos, para un mismo caudal de gas tratado.

El procedimiento objeto del invento es un procedimiento de depuración del acetileno que comprende por lo menos un lavado con ácido sulfúrico concentrado, caracterizado porque el acetileno impuro es sometido a por lo menos un contacto inicial con el ácido sulfúrico concentrado, y luego a un contacto final por paso a través de una delgada placa porosa de materia fritada sobre la cual el ácido sulfúrico concentrado reciente se extiende en capa delgada.

Se describirá ahora un modo de puesta en práctica del procedimiento, con referencia al dibujo anejo. La figura 1 representa el esquema de un aparato de depuración del acetileno conforme a un modo de puesta en práctica del invento.

La figura 2 representa el esquema de un aparato de depuración del acetileno conforme a otro modo de puesta en práctica del invento.

En la figura 1, el gas llega por el conducto 3, penetra por la parte inferior del cuerpo 4 del aparato, donde es distribuido por un difusor 5 que lleva agujeros 6 de pequeño diámetro destinados a distribuirlo en el seno de una pequeña cantidad de cuerpos de relleno 7 dispuestos en el fondo del cuerpo 4 para rodear el di-

275205



fusor 5. El ácido sulfúrico de lavado, a una concentración de 97-98% de SO_4H_2 , destinado al contacto inicial con el acetileno, penetra en la parte inferior del cuerpo 5 por la tubería de entrada 8 y llega así a la base de la capa de cuerpos de relleno 7. Un rebosadero 9 situado encima de la capa de cuerpos de relleno, sirve para la evacuación del ácido en marcha continua normal. De esta manera, el contacto entre el acetileno y el ácido sulfúrico tiene lugar en el seno de una capa de cuerpos de relleno, donde el acetileno impuro es distribuido por un difusor. Al continuar el gas su ciclo de depuración, se eleva por encima de la capa de cuerpos de relleno, circula de abajo a arriba en el cuerpo 4 y atraviesa la placa 1 que es una placa delgada, plana y porosa, obtenida por fritado de los granos de una materia inerte frente el líquido de lavado, el gas y sus impurezas, así como de los productos de reacción, por ejemplo el vidrio. Esta placa 1 está colocada horizontalmente y descansa en su periferia sobre una junta flexible 2 que forma junta de estanqueidad. Los poros de dicha placa tienen un diámetro medio de algunas decenas de micras. La introducción del ácido sulfúrico de lavado destinado al contacto final con el acetileno se hace al nivel de la cara superior de la placa, llegando el ácido concentrado reciente de modo continuo por la tubería 10 y distribuyéndose sobre todo el contorno de la placa a la vez, por medio de la cubeta 11 en forma de corona; de esta manera, el ácido de lavado se extiende sobre la placa 1 en capa delgada. Un rebosadero 12 permite la evacuación del ácido de lavado. La regulación de la dis-

275205



tancia de este rebosadero a la placa permite regular el espesor de la capa líquida por encima de esta placa; este espesor debe ser:

5 - Superior a un mínimo más acá del cual el líquido no sube completamente la placa cuando hay alimentación de gas.

- Inferior a un máximo mas allá del cual se produce una formación de espuma.

En la práctica es de algunos milímetros.

10 Se observará que según el modo de puesta en práctica del procedimiento, representado en la figura 1, el ácido sulfúrico concentrado evacuado a después del contacto final sobre la placa porosa con el acetileno a purificar es enviado a contacto inicial por medio de
15 la tubería 13 que une el rebosadero de evacuación 12 con la tubería de entrada 8. Se realiza así una circulación a contracorriente del gas a depurar y del líquido de lavado.

20 En la figura 2, los mismos números de referencia designan los mismos elementos que en la figura 1. Según este modo diferente de realización, el contacto inicial del gas y del ácido sulfúrico se descompone en un contacto en el seno de una capa de cuerpos de relleno seguido de un contacto sobre una placa porosa de materia
25 fritada análoga a aquella sobre la cual tiene lugar el contacto final.

30 El gas llega por la tubería de entrada 3 a la parte inferior del cuerpo 4 del aparato donde es distribuido por un difusor 5 que lleva agujeros 6 de pequeño diámetro destinados a distribuirlos en la capa de cuerpos

275205



de relleno 7 que rodea el difusor 5. El ácido sulfúrico de lavado, a una concentración de 97-98% de SO_4H_2 , destinado al contacto inicial con el acetileno, penetra en la parte inferior del cuerpo 4 por la tubería de entrada 8 y llega así a la base de la capa de cuerpos de relleno 7. Un rebosadero 9 situado encima de la capa de cuerpos de relleno sirve para la evacuación del ácido en marcha continua normal. Al proseguir el gas su ciclo de depuración, circula de abajo a arriba en el cuerpo 5 y atraviesa la placa 14 que es una placa porosa de materia fritada análoga a aquella sobre la cual tiene lugar el contacto final. Esta placa está colocada horizontalmente y descansa en su periferia sobre una junta flexible 15 que forma junta de estanqueidad. La llegada de ácido sulfúrico de lavado destinado al contacto inicial con el acetileno, se hace al nivel de la cara superior de la placa 14 por la tubería de entrada 16. La fase ulterior de lavado final de la figura 2 es idéntica a la de la figura 1. El ácido sulfúrico concentrado evacuado después del contacto final sobre la placa porosa 1 con el acetileno, es enviado al contacto inicial por medio de la tubería 17 que une el rebosadero de evacuación 18 a la tubería de entrada 16.

Se indica a título de ejemplos no limitativos que la materia fritada que constituye la placa 1 de la figura 1 y las placas 1 y 14 de la figura 2, puede ser realizada ventajosamente de vidrio fritado así como de cloruro de polivinilo fritado, o de silección fritada a base de níquel, resistente a la corrosión, por ejemplo; en cuanto a la dimensión de los poros de la materia fritada,

275205



5 su diámetro varia de preferencia de 90 a 150 micras;
sin embargo, se han obtenido igualmente resultados in-
teresantes con placas que tienen poros de 150 a 200
micras de diámetro y con placas que tienen poros de 40
a 90 micras de diámetro.

10 Para el lavado del acetileno impuro, conviene pro-
ceder previamente a la depuración por el ácido sulfúri-
co a un secado sumario, de preferencia por paso en con-
tacto con cloruro de calcio. Conviene igualmente comple-
tar la depuración continua por contacto con el ácido
sulfúrico concentrado por un lavado continuo con sosa
que comprende igualmente, de preferencia, un contacto
sobre una placa porosa en un aparato análogo al descri-
to para la depuración ácida.

15 Se pueden considerar evidentemente modos de reali-
zación diferentes de los descritos más arriba, sin sa-
lir del ámbito ni del espíritu del invento; se puede
utilizar en particular un aparato que contenga varias
placas fritadas de porosidades iguales o diferentes.

20 En resumen, puede decirse que el lavado por con-
tacto inicial en la base del aparato de depuración áci-
da es particularmente eficaz, por que permite retener
una gran parte del amoniaco y de la humedad residual del
gas a tratar. Pero la originalidad del procedimiento re-
25 side sobre todo en la realización de un contacto inti-
mo gas-líquido, y esto en el seno mismo de la placa po-
rosa, por el hecho de que ésta está constantemente em-
papada de líquido activo. De esta manera, el gas formado
en finos hilillos, se abre un camino a través de un baño
30 de líquido en estado muy dividido antes de alcanzar la

275205



7
cara superior de la placa, y sufre así un lavado intenso. Al salir de la placa porosa, los mismos hilillos de gas se ensanchan en conos y dan origen a las burbujas, cuya aglomeración en espuma se evita por los medios citados mas arriba. A consecuencia de la calidad y de la intimidad del contacto realizado así entre gas y ácido, el rendimiento de la operación de depuración es particularmente bueno; se indica, en efecto, a título de ejemplo, que un aparato de laboratorio constituido según el principio del invento ha funcionado durante varios días consecutivos en marcha continua. El caudal de gas tratado fué de 310 litros/hora y el consumo de 36 gramos de ácido a 97% de SO_4H_2 por metro cubico de gas depurado.

5
10
15 El gas a tratar procedía directamente del generador de acetileno, fué llevado a la temperatura del laboratorio, por paso por un refrigerador tubular, sumergido en el agua, y luego fué sometido al ciclo descrito más arriba, a saber:

- 20
- Paso por un secador de cloruro de calcio
 - Primer lavado sulfúrico por burbujeo
 - Segundo lavado en el seno de la placa empapada de ácido sulfúrico
 - Lavado en un burbujeador de sosa.

25 El método de análisis Kitagawa ha dado resultados siguientes para los contenidos en Fosfina y de hidrógeno sulfurado del gas antes y después del tratamiento:

30

275205



	PH ₃ en volumen%	SH ₂ en volumen%
Gas bruto	0,023	0,027
Después de los dos lavados SO ₄ H ₂	0,000	0,022
5 Después de lavado NaOH	0,000	0,000

Ha de entenderse bien que el aparato descrito forma un todo que da experimentalmente excelentes resultados; pero es interesante buscar las partes respectivas de depuración que vuelven durante el lavado por contacto inicial o prelavado y durante el lavado por contacto final sobre placa fritada; los resultados de esta otra serie de pruebas son los siguientes:

	PH ₃ en volumen%	Eficacia de la depuración%	Rendimiento de cada parte %
Gas impuro	0,0250	0	-
Gas que sale del prelavado	0,0025	90	90
20 Gas que sale de placa fritada	0,0001	99,6	96

No hay que sacar la conclusión de la columna que indica los porcentajes de volumen de PH₃ de que la mayor parte de la desfosforación del gas tiene lugar durante el prelavado; en efecto, aunque este último elimina para el gas estudiado una gran parte del PH₃, el rendimiento de la operación no es mas que de 90%, mientras que el de la placa fritada es de 96%. Además, si se suprimiera el prelavador (utilizando en su lugar un

275205



secador de sulfato de calcio anhidro, por ejemplo), el rendimiento de la placa fritada sola utilizada conservarí un valor próximo, como atestigua el ejemplo experimental siguiente.

- 5 Contenido del gas bruto en PH_3 : 0,0210
 Contenido a la salida de la placa : 0,0006
 Rendimiento : 97% aproximadamente.

Estos diversos resultados indican el interés del lavado con contacto inicial del gas bruto que permite
10 aplicar el rendimiento elevado de la placa porosa fritada a un gas cuyo contenido en impurezas está ya grandemente reducido con relación al del gas bruto.

El invento se extiende además a un aparato de depuración del acetileno por el procedimiento descrito mas
15 arriba, que tiene los diferentes órganos necesarios para la puesta en práctica, y especialmente por lo menos una placa porosa fritada, un dispositivo de conducción del ácido sulfúrico sobre la placa porosa y un rebosadero que limita el espesor de la capa de ácido sobre la
20 placa porosa a algunos milímetros, un dispositivo de introducción del acetileno impuro por debajo de la placa porosa y un dispositivo de evacuación del acetileno purificado por encima de esta placa.

Esta solicitud que corresponde a la presentada
25 en Francia con fecha 14 de Marzo de 1.961, bajo el número PV. 855.569, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

30



5 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:

10 1º. - Procedimiento de depuración de acetileno que comprende al menos un lavado con ácido sulfúrico concentrado, caracterizado porque el acetileno impuro es sometido al menos a un contacto inicial con el ácido sulfúrico concentrado, después a un contacto final por paso a través de una placa delgada porosa de material fritado sobre la cual el ácido sulfúrico no usado fluye en capa delgada.

15 2º. - Procedimiento de depuración de acetileno según el punto 1, caracterizado porque el ácido sulfúrico concentrado evacuado después del contacto final sobre la placa porosa con el acetileno a purificar, es enviado al contacto inicial con el acetileno impuro.

20 3º. - Procedimiento de depuración de acetileno según el punto 1, caracterizado porque el espesor de la capa de ácido sulfúrico concentrado es suficientemente grande para que la placa de material fritado sea recubierta completamente por el ácido sulfúrico, pero suficientemente pequeño para que el paso de las burbujas de acetileno a través de dicha capa no provoque la formación de espuma y con preferencia es de algunos milímetros.

25 4º. - Procedimiento de depuración de acetileno según el punto 1, caracterizado porque el contacto inicial

30

275205



entre el acetileno impuro y el ácido sulfúrico tiene lugar al menos en parte en el seno de una capa de cuerpos de relleno bajo la cual el acetileno impuro es repartido por un difusor.

5 5º. - Procedimiento de depuración de acetileno según el punto 1, caracterizado porque el contacto inicial entre el acetileno impuro y el ácido sulfúrico concentrado tiene lugar al menos en parte sobre una placa porosa de material fritado análoga a aquella sobre la cual tiene lugar el contacto final.

10 6º. - Procedimiento de depuración de acetileno según el punto 1, caracterizado porque el acetileno impuro es sometido previamente a su depuración por el ácido sulfúrico, a un secado sumario, de preferencia por paso en contacto con cloruro cálcico.

15 7º. - Procedimiento de depuración de acetileno según el punto 1, caracterizado porque el acetileno depurado por contacto con el ácido sulfúrico concentrado es sometido a un lavado con sosa, comprendiendo igualmente con preferencia un contacto sobre una placa porosa.

20 8º. - Aparato de depuración de acetileno por lavado con ácido sulfúrico concentrado, caracterizado porque comprende por lo menos una placa porosa de material
25 fritado, un dispositivo de llegada del ácido sulfúrico sobre la placa porosa y un rebosadero que limita el espesor de la capa de ácido sobre la placa porosa a un valor pequeño, un dispositivo de introducción de acetileno impuro por debajo de la placa porosa y un dispositivo
30 de evacuación del acetileno purificado por encima de esta

275205



placa.

5 9ª. - Aparato de depuración de acetileno según el punto 8, caracterizado por un recipiente que contiene una capa de cuerpos de relleno, un dispositivo de llegada del ácido sulfúrico evacuado por el rebosadero en la base de la capa de cuerpos de relleno, un rebosadero de evacuación del ácido por encima de la capa de cuerpos de relleno y un difusor que permite repartir el acetileno impuro bajo la capa de cuerpos de relleno.

10 10ª. - Aparato de depuración de acetileno según el punto 8, caracterizado porque el material fritado es vidrio fritado.

15 11ª. - Aparato de depuración de acetileno según el punto 8, caracterizado porque la dimensión de los poros del material fritado es de aproximadamente algunas decenas de micras y preferentemente de 90 a 150 micras.

20 12ª. - Un procedimiento y aparato de depuración de acetileno.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 52 JUL 1962

P.A.
Alberto de Eizaburu
Por Poder.

275205

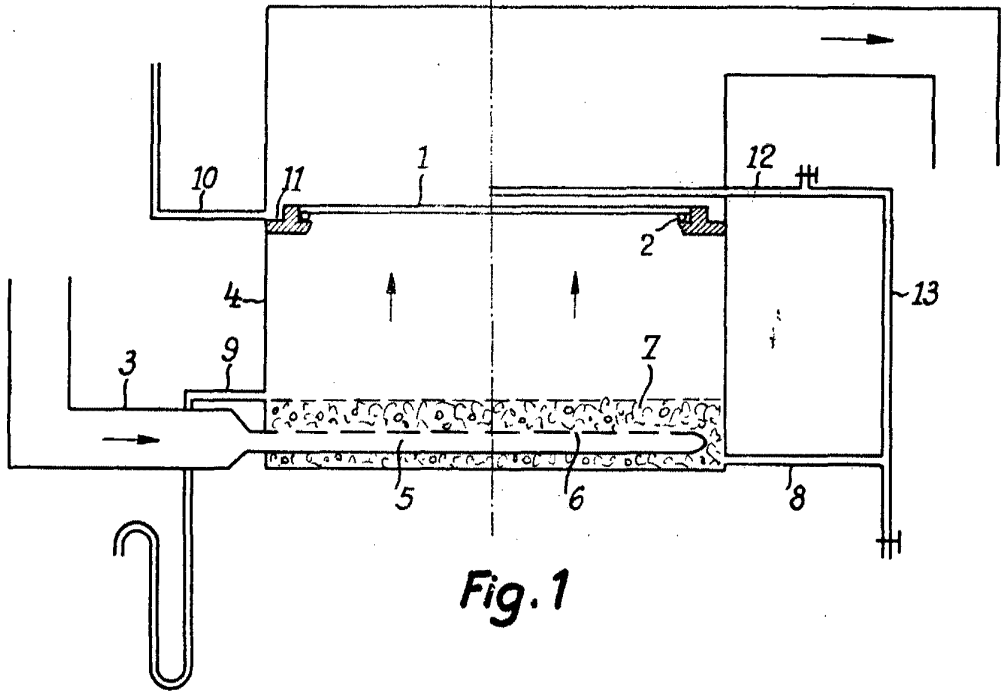


Fig. 1

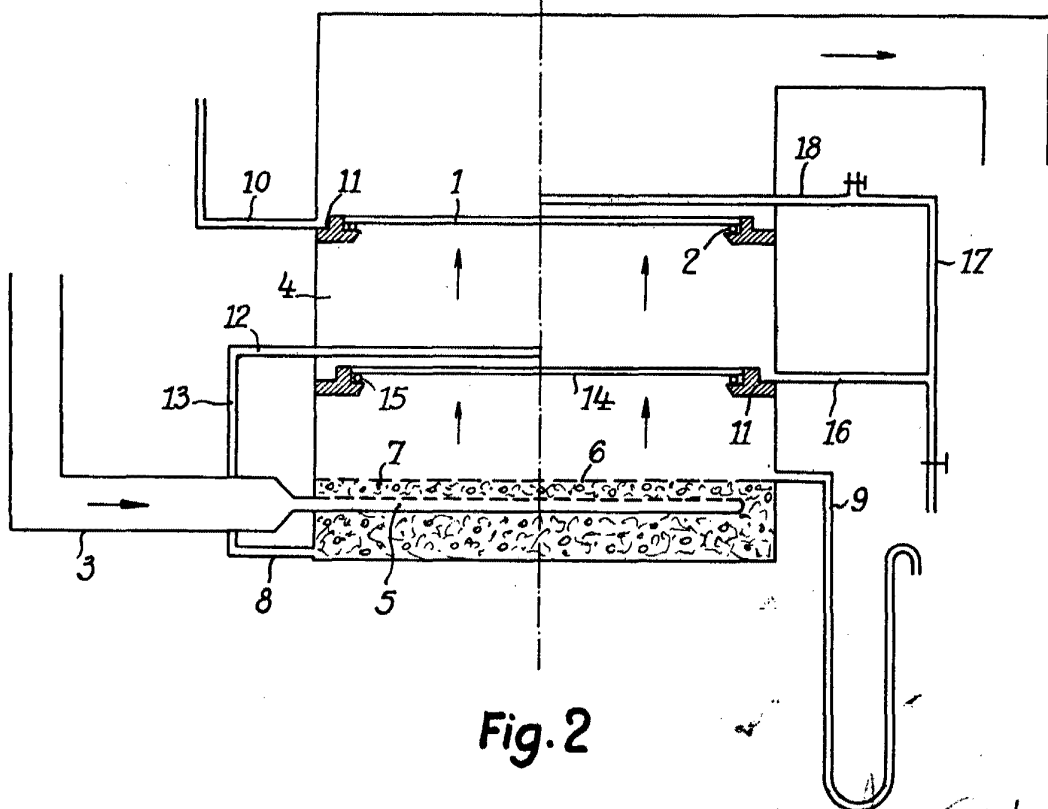


Fig. 2

[Handwritten signature or initials]