



281834

281834

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS, EN ESPAÑA,  
A FAVOR DE COMPAGNIE DE SAINT-GOBAIN, DE NACIONALIDAD  
FRANCESA, RESIDENTE EN NEUILLI-SUR-SEINE ( FRANCIA ),  
Boulevard Victor Hugo, nº 62.

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ANHIDRIDO SULFU-  
ROSO PURO".



281834

La presente invención, en la que ha colaborado el Sr. Francis Fournel, tiene por objeto un procedimiento de preparación del anhídrido sulfuroso puro, por reacción del azufre elemental sobre el anhídrido sulfúrico libre del óleo, así como la puesta en práctica de este procedimiento.

Según una de las características de la invención, se introduce azufre elemental fundido, en un reactor que contenga óleo mantenido a una temperatura tal que el azufre no se solidifique, siendo mantenido el medio reaccional en agitación constante por medio de un agitador enérgico.

Según otra característica de la invención, la alimentación del reactor con azufre líquido y óleo rico en  $SO_3$ , así como la extracción de una parte del óleo que forma el medio reaccional, son efectuadas de modo continuo.

Según otra característica de la invención, la extracción continua del óleo que constituye el medio reaccional y que contiene en suspensión azufre que no ha reaccionado, es efectuada a través de un decantador para la separación del azufre, encontrándose este decantador en comunicación con el reactor y estando provisto de un aliviadero para permitir el escape del óleo residual, en tanto el azufre decantado retorna por gravedad al reactor.

Según otra característica de la invención, el decantador está provisto, delante del aliviadero, de un refrigerante sobre cuyas paredes se opera la solidificación de las gotitas de azufre que hayan podido ser arrastradas por el óleo en lugar de decantarse, pudiendo ser eliminado el azufre depositado por fusión bajo la acción de un fluido caliente introducido intermitentemente en el refrigerante.

Prácticamente, el azufre es introducido líquido en el reactor, a una temperatura comprendida entre 125 y 155°C, preferentemente entre 135 y 145°. Cae en el óleo reaccional que se encuentra mantenido a unos 120°C.



1962

834

A esta temperatura, el azufre no se solidifica, sino que está disperso bajo forma de gotitas en el seno de la masa reaccional por un agitador enérgico y reacciona con el óleo para dar  $SO_2$ . Como el azufre no reacciona en su totalidad, se hace pasar una parte del líquido reaccional a un decantador que se encuentra en comunicación con la parte inferior del reactor. A fin de que la reacción no se continúe de modo sensible en el decantador, éste, es mantenido a una temperatura ligeramente inferior a la del reactor, pero suficientemente elevada sin embargo para que el azufre no pueda solidificarse, y después de la decantación retorne por gravedad al reactor, en tanto que el óleo residual deja el decantador por el aliviadero. Un refrigerante de agua fría, por ejemplo, colocado delante del aliviadero, elimina por solidificación sobre sus paredes el azufre no decantado. La limpieza del refrigerante puede hacerse intermitentemente sustituyendo con va-por de agua el agua fría en el refrigerante, y haciendo así fundirse el azufre depositado sobre las paredes.

En los adjuntos dibujos se ha representado, a título de ejemplo, dos modos de realización para la puesta en práctica del procedimiento (Figs. 1 y 4). Las Figs. 2 y 3 representan un detalle de la Fig. 1.

Sobre las Figs. 1 y 2, se observa en 1 el reactor constituido por un recipiente cerrado provisto de una camisa calefactora 2, que puede ser alimentada con vapor por ejemplo, y encargada de mantener a  $120^{\circ}C$  el líquido contenido en el reactor. Este último está provisto interiormente de un dispositivo de agitación enérgico constituido en el ejemplo elegido por un cono central 3 y una "hélice marina" 4.

El óleo y el azufre líquido penetran en el reactor por los conductos 5 y 6, respectivamente, el  $SO_2$  escapa por el tubo 7. Sobre un agujerito 8, terminado por una brida 9, el reactor lleva un tubo 12 que se prolonga hasta la pared interna del reactor. Este tubo es obturado, por el lado del reactor, por una placa 13 fija por medio de una espiga 22 y tuerca 23 a un obturador 14. En su otro extremo, el tubo 12 desemboca en el



281834

5 decantador 11 guarnecido de una camisa calefactora 17. La comunicación entre el reactor y el decantador es asegurada por una corona de orificios 15 previstos sobre el tubo 12 y que hacen comunicar este último con el interior del agujerito 8, cuya abertura sobre el reactor 1 no está más que parcialmente obturada por la placa 13.

10 Un serpentín plano 18, cuyas espiras están casi juntas, es dispuesto en el decantador, de manera que todo el líquido que proviene del reactor pasa entre las espiras y que el azufre residual se solidifica sobre estas últimas. La circulación de agua en este serpentín se hace gracias a los tubos 19 y 20. Un aliviadero 21 regula el nivel del decantador y simultáneamente del reactor a la altura deseada.

15 En el aparato de la Fig. 4, el reactor y el decantador, contenidos en un mismo recinto de doble pared 25 y que pueden ser calentados, por ejemplo con vapor de agua, están separados por el cilindro 26, coaxialmente al recinto 25. El dispositivo comprende igualmente un sistema de agitación constituido por una hélice 27 y un cono central 28. Este cono es de doble pared para asegurar el calentamiento del líquido contenido en el cilindro 26, que hace funcionar el reactor, constituyendo el espacio anular comprendido entre las paredes 25 y 26 el decantador. El serpentín refrigerante 29 tiene la forma de una espiral plana perpendicular a la pared 26. Un aliviadero 30 permite la salida del óleo residual como precedentemente. Una corona de agujeros 31 asegura el equilibrio de las presiones del gas contenido en los dos espacios concéntricos que forman el reactor y el decantador.

25 El calentamiento del recinto 25 permite mantener el decantador a una temperatura un poco inferior a la del reactor, a fin de que el azufre presente en el decantador no se solidifique antes de haber alcanzado el serpentín 29.

30 El óleo y el azufre son introducidos en el reactor por el tubo 32 en tanto que el  $SO_2$  es extraído por medio de un conducto 34 que



281834

la dirige hacia una instalación apropiada para eliminar el  $\text{SO}_3$  mezclado con el  $\text{SO}_2$ .

5 A continuación se citan dos ejemplos prácticos de realización de la invención. Debe quedar entendido que estos ejemplos son dados a título puramente ilustrativo y no limitan en nada el alcance de la invención.

Ejemplo 1.-

10 En un reactor del tipo representado en la Fig. 1, de 80 litros útiles, mantenido a  $120^\circ\text{C}$ , se introducen en continuo 8,3 kgs. por hora de azufre líquido a  $145^\circ\text{C}$  y 284 kgs. por hora de óleo que contiene el 20% de  $\text{SO}_3$  libre. Se extraen en el mismo tiempo por el decantador 239,5 kgs. de óleo al 5% de  $\text{SO}_3$  libre, que contiene alrededor de 0,5 kgs. de  $\text{SO}_2$ . Se recoge por otra parte 49,5 kgs. de  $\text{SO}_2$  que contienen 3,2 kgs. de  $\text{SO}_3$ . El rendimiento en relación al azufre introducido es del orden del 98%.

15 Ejemplo 2.-

En el mismo reactor, mantenido igualmente a  $120^\circ\text{C}$ , se introducen 16,2 kgs. por hora de azufre, y 284 kgs. por hora de óleo al 35% de  $\text{SO}_3$  libre. Se extraen del decantador 195,4 kgs. de óleo al 5% que contiene alrededor de 1 kg. de  $\text{SO}_2$ . La fabricación se eleva a 96,4 kgs. de  $\text{SO}_2$  que arrastra 8,5 kgs. de  $\text{SO}_3$ .

El rendimiento permanece próximo al 98%.

NOTA

En resumen esta patente de invención se contrae a las siguientes reivindicaciones:

25 1ª) Procedimiento para la fabricación de anhídrido sulfuroso puro, caracterizado porque consiste el citado procedimiento en introducir azufre elemental fundido, en un reactor que contiene óleo, mantenido a una temperatura tal que el azufre no se solidifique, siendo mantenido el medio reaccional en constante agitación.

30 2ª) Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la alimentación del reactor con azufre líquido y óleo y la extracción de una parte del óleo que forma el medio reaccional se efectúan de



281834

modo continuo.

3ª) Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque el azufre es introducido en el reactor a una temperatura comprendida entre 125 y 155°C, preferentemente entre 135 y 145°C, y el óleo reaccional es mantenido a una temperatura del orden de 120°C.

4ª) Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque la extracción continua de una parte del óleo que constituye el medio reaccional y que contiene el azufre líquido en suspensión se hace por medio de un decantador que comunica con el reactor.

5ª) Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque se dota al decantador de un refrigerador que asegura la solidificación y el depósito del azufre que no se haya decantado.

6ª) Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque el decantador es mantenido a una temperatura poco inferior a la del reactor, para que el azufre presente en el decantador permanezca en estado líquido.

7ª) Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 6ª, caracterizado porque se introduce el azufre elemental fundido en un reactor, consistente en un recipiente cerrado provisto de una camisa calefactora y que lleva un dispositivo de agitación que está en comunicación, por su parte inferior, con un decantador igualmente provisto de una camisa calefactora y en el que se prevé un serpentín de enfriamiento con espiras casi juntas de modo que todo el líquido pase entre las espiras y que el azufre se solidifique sobre estas últimas.

8ª) Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque la comunicación entre el reactor y el decantador se efectúa por un laberinto, y el decantador lleva un aliviadero que regula el nivel en el decantador y en el reactor a la vez, estando dispuestos el reactor y el decantador coaxialmente y comunicando entre sí por aberturas previstas sobre el dispositivo de agitación.

281834<sup>2</sup>

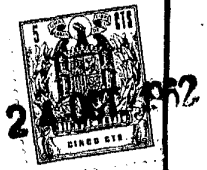
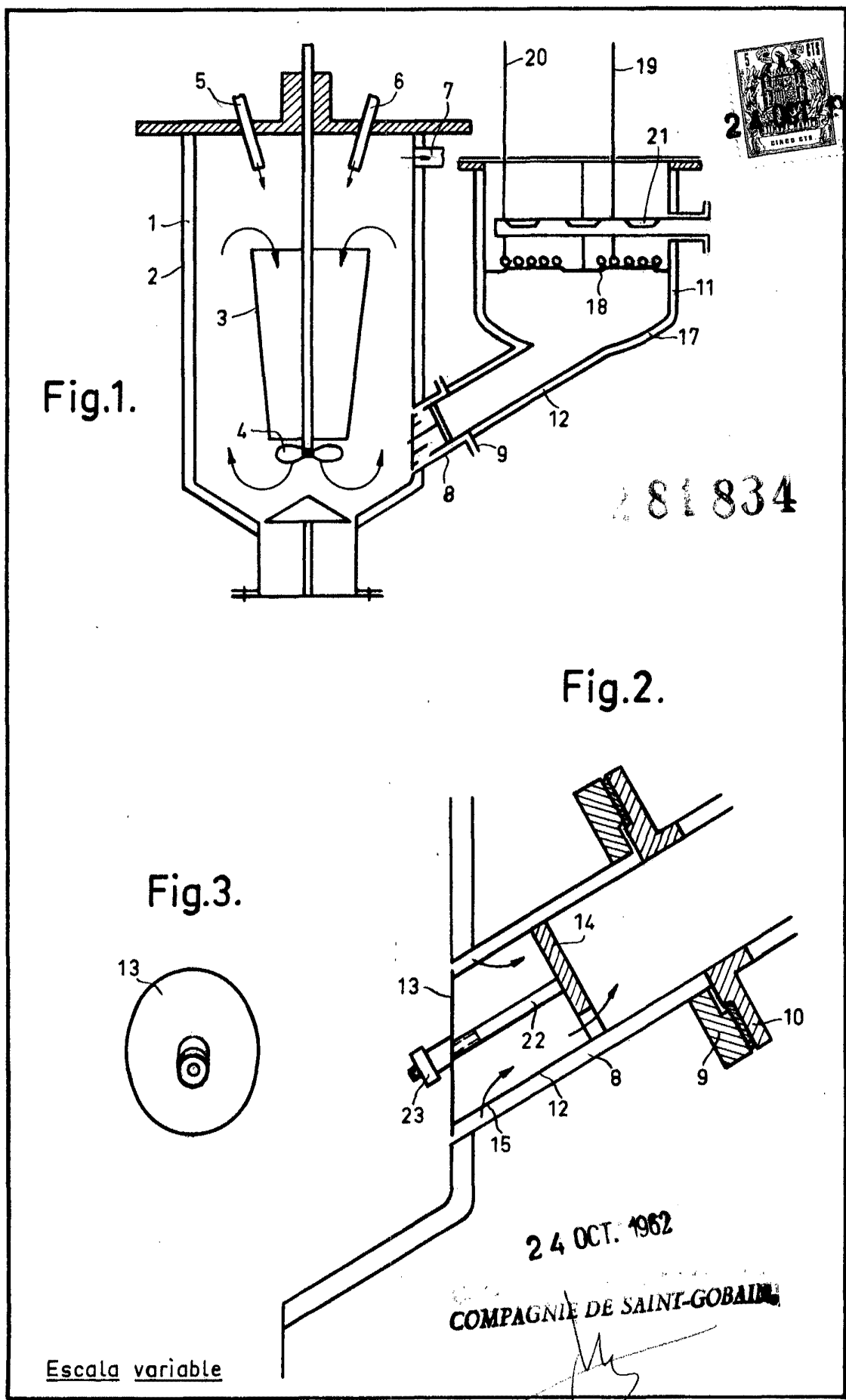


9ª) Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 8ª, caracterizado porque el cono previsto en el reactor interno es de doble pared para una circulación de fluido caliente, a fin de calentar el reactor, y el serpentín de enfriamiento es de forma espiral plana dispuesto entre la pared exterior del reactor y la pared interna del decantador y perpendicularmente a dichas paredes.

10ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ANHIDRIDO SULFUROSO PURO", según queda descrito y reivindicado en la precedente memoria y nota reivindicatoria, que constan de 7 páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 24 OCT. 1962

**COMPAGNIE DE SAINT-GOBAIN.**



281834

Fig. 2.

Fig. 3.

24 OCT. 1962

COMPAGNIE DE SAINT-GOBAIN

Escala variable

A handwritten signature or set of initials in the bottom right corner of the page.

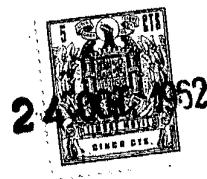
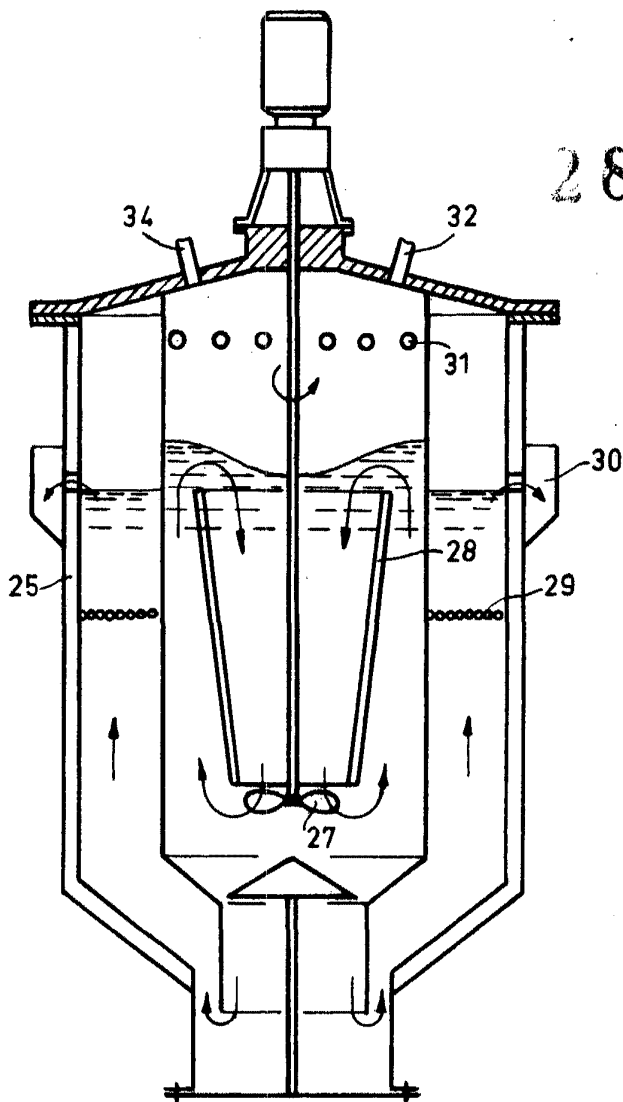


Fig.4.

281834



24 OCT. 1962

COMPAGNIE DE SAINT-GOBAIN.

Escala variable