



320552

P.- 30.636

10 DIC. 1965

320552

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

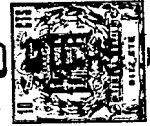
a nombre de HUGO PETERSEN, entidad alemana, establecida en -
Dantestr. 4-6, Wiesbaden, República Federal Alemana, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCION DEL SO₂ CONTENIDO EN
CORRIENTES DE GAS"

5 El invento se refiere a la precipitación y recupera-
ción de SO₂ desde gases de escape de cualquier procedencia. Al
mismo tiempo se trata de extraer SO₃ libre, la niebla de anhi-
drido sulfúrico u otras nieblas y los polvos contenidos en estos
gases.

, 10 La absorción de SO₂ en lejías de sulfito y bisulfito
amónico, es ya conocida. Los procedimientos de hasta hoy en -
día, no obstante, adolecen de algunos inconvenientes difícil-
mente orillables. Entre ellos figura la absorción tan sólo -
insuficiente del SO₂, la presencia de nieblas densas como con-

320552



secuencia de pequeñas cantidades de SO_3 libre y de H_2SO_4 en el gas de escape de tales instalaciones, así como los gastos elevados de inversión.

5 Si se tratan gases de SO_2 en una torre de lavado o en otro lavador de gas con líquido de lavado, y se absorbe el SO_2 en el líquido formando sales amónicas, es necesario incorporar el líquido amoniaco de acuerdo con la absorción del SO_2 . Es conocido regular la adición de amoniaco de tal modo, que se mantenga en el líquido un valor pH determinado.

10 El valor pH sirve a este particular como medida para la proporción NH_3/SO_2 ó, dicho de otra manera, para la proporción sulfito/bisulfito en el líquido de lavado. Demasiado poco amoniaco, es decir, una baja proporción molar de NH_3/SO_2 , o bien un valor pH bajo, significan en estos procedimientos conocidos

15 una mala absorción de SO_2 .

Demasiado amoniaco en el líquido, lo que equivale a una proporción elevada de NH_3/SO_2 o a un valor pH elevado proporciona pérdidas de amoniaco, debido a ser arrastrado este en el gas definitivo, provocando en los procedimientos conocidos fuertes formaciones de niebla, en el caso de excesos mayores de amoniaco. En la circulación se mantiene el valor pH sensiblemente constante mediante la adición de amoniaco, y también la densidad, mediante la adición de agua. Conforme al crecimiento del volumen de líquido, se extrae continuamente

20 una lejía en una densidad de aproximadamente 1, 2. Datos de trabajo típicos para una de estas instalaciones conocidas de lavado de gases, son los siguientes:

25	Densidad del líquido de lavado:	1,2
	Valor pH del líquido de lavado:	5,5
30	Proporción molar NH_3/SO_2 de la lejía:	1,25

320552

10 DIC. 1953



Contenido de SO ₂ en el gas en bruto, % en volúmen:	0,4
Contenido de SO ₂ en el gas purificado, % en volúmen:	0,11

5 En las instalaciones conocidas de dos escalones o etapas, se conecta a continuación una instalación de lavado de gas, cuyo líquido de lavado se mantiene a una densidad inferior, En estas instalaciones de dos escalones se consigue un gas definitivo de 0,03% en volumen de SO₂.

10 Para el tratamiento ulterior del líquido de lavado, se mezclan las lejías de sulfito-bisulfito con ácido sulfúrico, con lo que se forma sulfato amónico y se libera SO₂. En el caso de que el sulfato amónico disuelto no pueda seguir siendo utilizado directamente en la producción de fertilizantes, se -
15 produce sulfato amónico sólido mediante concentración y cristalización.

 Para ahorrarse la costosa concentración, ha sido propuesto ya llevar a cabo el lavado del gas con una solución de -
20 sulfato amónico saturada o ampliamente saturada. A pesar de ser conocido este método de absorción desde hace más de 30 años, no ha logrado extenderse este procedimiento, por ser inevitables cristalizaciones en las torres de lavado, que originan grandes dificultades. El sulfito/bisulfito formado en el líquido de lavado por la adición de NH₃ y la absorción de SO₂, pro-
25 voca la salificación o precipitación directa de sulfato amónico sólido; más sulfato amónico se extrae del líquido de lavado por este procedimiento conocido, mediante la adición de ácido sulfúrico y la expulsión del SO₂. Las aguas madres liberadas -
30 del SO₂, son conducidas entonces nuevamente a la torre de lavado del gas.

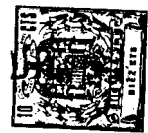
320552



Es conocido además el transformar el contenido de SO_2 de una corriente de gas, mediante la adición de amoniaco a dicha corriente, en una niebla en que el SO_2 esté fijado químicamente, para seguidamente sedimentar esta niebla. Evidentemente debido a las dificultades técnicas en una purificación del gas por vía húmeda, se ha aspirado a la formación de una niebla seca, separándose esta niebla en electrofiltros o filtros electrostáticos. La adición de amoniaco al gas se realiza a este particular preferentemente por encima del punto de rocío de la formación de la sal amónica. En el enfriamiento siguiente se forma niebla que, además de sales amónicas, contiene también tiosulfato y polisulfuros.

En el procedimiento del presente invento se trabaja, en contraposición a ésto, por vía húmeda, si bien al menos en un escalón del procedimiento de la precipitación de SO_2 , se introduce gas de NH_3 o una mezcla de gases que contenga NH_3 , o bien un líquido que ceda NH_3 gaseoso, en la corriente de gas que contiene SO_2 . Lo típico de la reacción en este escalón del procedimiento, es que el amoniaco, antes de reaccionar con el SO_2 , se encuentra al menos parcialmente, o bien totalmente en forma gaseosa. Ello representa una diferencia sustancial frente a la mayoría de los procedimientos conocidos para la sedimentación o precipitación del SO_2 por vía húmeda, que trabajan con un líquido que contiene amoniaco.

El invento, por el contrario, se basa en la idea fundamental de que en lugar de un método líquido, que requiere una gran cámara de absorción, tiene lugar una condensación de sulfuro amónico a partir del estado gaseoso, formándose una niebla, y pudiéndose sedimentar esta niebla conjuntamente con un líquido adicional. Conforme al invento, la extracción o separación -

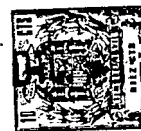


del SO_2 contenido en corrientes de gas se lleva a cabo mediante la incorporación de amoniaco agaseoso a la corriente de gas y la separación de la niebla formada, para lo cual - se pulveriza en el gas en bruto, mezclado con amoniaco, un líquido que contiene sulfito amónico o bisulfito amónico, -
5 y/o sulfato amónico, a continuación de lo cual se conduce el gas a un separador mecánico de trabajo intensivo, a efectos de sedimentar la niebla y el líquido pulverizado en ella.

Conforme al invento, y a pesar de la incorporación de NH_3 a la corriente de gas y a la formación de la niebla, se
10 obtiene una solución de sal amónica prácticamente exenta de tiosulfato y polisulfuros, o bien también un sulfato amónico sólido, sin que se requiera para ello una concentración, puesto que la formación de la niebla se lleva a cabo a temperatura más baja y con humedad suficiente. La humedad favorece -
15 evidentemente el curso de la reacción, formándose exclusivamente $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3$. En gases de SO_2 húmedos se agrega el gas, en la forma de trabajo de acuerdo con el invento, preferentemente amoniaco en forma gaseosa. La pulverización del líquido -
20 que contiene sulfito o bisulfito amónico y/o sulfato amónico, se realiza convenientemente en el misma cámara de reacción en que se agrega el amoniaco, pero también puede realizarse anterior o posteriormente. Ahora bien, es más conveniente agregar el líquido después de mezclado al gas con el amoniaco, siempre que el gas en bruto está ampliamente saturado con vapor -
25 de agua. Tratándose de gas en bruto seco, o bien de gases de temperatura bastante elevada, se puede introducir en el gas una solución acuosa de amoniaco a efectos de liberar el NH_3 - y de crear la atmósfera húmeda requerida. Si se pulveriza una
30 solución de amoniaco, entonces se evapora el agua en el gas -

320552

10



seco o caliente, y el amoniaco gaseoso liberado forma con -
el contenido de SO_2 del gas en bruto nieblas ampliamente -
exentas de tiosulfato y de polisulfuro.

5 La regulación de la cantidad de amoniaco agregado
se realiza, conforme al invento, conforme al contenido de -
 SO_2 en el gas purificado y no, tal como en la purificación -
conocida por vía húmeda, de acuerdo con el valor pH del lí-
quido de lavado. La regulación puede llevarse a cabo, por -
ejemplo, midiendo continuamente el contenido de SO_2 en el -
10 gas purificado. Ha demostrado ser también conveniente, lavar
intensamente una corriente parcial del gas purificado de me-
nos de 1% o del gas en bruto, con una corriente constante -
de agua destilada y medir la conductividad de esta corrien-
te.

15 Al subir el valor pH o descender la conductibilidad,
se reduce la adición de amoniaco al gas en bruto, mientras -
que se aumenta al descender el valor pH o subir la conducti-
bilidad. El "valor pH del gas definitivo" medido de este mo-
do, es decir, el valor pH del líquido analítico, se mantiene
20 entre, por ejemplo, 3 y 4.

2 En este procedimiento se obtuvo el efecto sorpren-
dente de que la pureza del gas definitivo es ampliamente -
independiente del valor pH del líquido de lavado. Se consi-
gue, incluso con un líquido de lavado relativamente ácido, -
25 alcanzar un grado de separación muy elevado para el SO_2 . El
líquido de lavado cede al gas sutancialmente menos SO_2 , de
lo que debiera esperarse de acuerdo con la presión del vapor.
La explicación de este estado de cosas, aparentemente en con-
tradicción con la teoría, parece estribar en el recubrimiento
30 de la superficie del líquido con sulfito precipitado.



Mediante la purificación de los gases que contienen SO_2 conforme al invento, es posible, o bien alcanzar una mejor pureza del gas definitivo con el mismo valor pH del líquido de lavado, o bien trabajar con un valor pH más bajo del líquido de lavado, obteniendo la misma pureza del gas definitivo que en los procedimientos conocidos. Consiguientemente se precisa menor cantidad de ácido sulfúrico para la expulsión ulterior del SO_2 , y una vez expulsado éste, a su vez menor cantidad de NH_3 .

Como valores típicos para un lavado de gas en un escalón conforme al invento, pueden ser considerados los valores siguientes:

Densidad del líquido de lavado:	1,2
Valor pH del líquido de lavado:	5,2
Proporción molar NH_3/SO_2 :	1,2
Contenido de SO_2 en el gas bruto, % en volumen:	0,4
Contenido de SO_2 en el gas puro, % en volumen:	menos de 0,02

Si se comparan estos valores con los datos de trabajo más arriba mencionados de una instalación conocida de lavado de gas de un sólo escalón, se puede apreciar que a igual densidad del líquido de lavado, se puede trabajar con un valor pH más bajo de dicho líquido de lavado y, partiendo del mismo contenido de SO_2 en el gas bruto, obtenerse en el gas purificado menos de $1/5$ de SO_2 . El gas purificado conforme al procedimiento del invento está además exento de nieblas visibles, mientras que en el procedimiento conocido de purificación de gases por vía húmeda, se requiere casi siempre un filtro eléctrico detrás de la torre de lavado, para la separación de la -

320552

10



niebla.

Como separador mecánico en el procedimiento del invento, puede emplearse con especial ventaja un separador PETERSEN de salto de presión. Ahora bien, el procedimiento no está ligado imprescindiblemente a la utilización de un separador PETERSEN de salto de presión. También otros separadores intensivos hacen posible, si bien no con resultados equivalentes, la puesta en práctica del procedimiento, especialmente cuando se emplea un separador mecánico, que descomponga la corriente del gas en corrientes parciales de un grueso inferior a 5 mm, preferentemente de 0,2 a 2 mm, y que posea una resistencia a los gases de al menos 40 mm de columna de agua, si bien preferentemente de entre 80 y 350 mm de columna de agua.

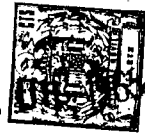
La finura de las ranuras necesaria para conseguir un gas definitivo exento de nieblas, depende de las impurezas existentes además del SO_2 . Las nieblas de SO_3 precisan ranuras finas. No existiendo SO_3 , bastan ranuras relativamente bastas para separar totalmente las nieblas de sulfito formadas por el NH_3 .

Separadores con una mayor resistencia a los gases son también apropiados, pero no es precisa esta mayor resistencia a los gases, que lleva inherentes elevados gastos de energía.

Mediante el invento no sólo se consigue un gas definitivo muy puro, sino que también resulta posible, tal como será explicado a continuación, una simplificación decisiva de la preparación del líquido de lavada. Son de destacar asimismo el espacio extraordinariamente pequeño requerido y los bajos costes de inversión en comparación con instalaciones que trabajan de acuerdo con el principio de absorción puro.

320552

10



La solución cargada con sulfito amónico o bisulfito amónico puede ser conducida a un recipiente separador, a efectos de cristalización y separación del sulfato amónico cristalizado. Después de la cristalización, se conducen las aguas madres nuevamente al lavador de gas. Para provocar la sobresaturación para la cristalización en el recipiente separador, al que se conduce parte o la totalidad del líquido de lavado del gas, se puede utilizar ácido sulfúrico. El recipiente separador, al que se conduce parte o la totalidad del líquido de lavado del gas, se puede utilizar ácido sulfúrico. El recipiente separador representa entonces un generador de SO_2 , en el que el sulfito o bisulfito formado es transformado en sulfato amónico mediante la adición de ácido sulfúrico, al mismo tiempo que tiene lugar la desgasificación de SO_2 .

Resulta ventajoso contrarrestar la cristalización de sulfato amónico en el lavador de gas y cuidar de que el sulfato amónico sólido precipita prácticamente solo en el recipiente separador a través del cual se hace pasar la totalidad o parte del líquido de lavado del gas. Ello se consigue elevando la cantidad del líquido en circulación y aplicando una cristalización clasificadora. Naturalmente el contenido de vapor de agua en el gas es de importancia decisiva para el proceso de cristalización, ya que según sea que el gas absorba vapor de agua o ceda vapor de agua, se produce una variación de las relaciones de concentración. Especialmente tratándose de gases relativamente secos, se agrega, para evitar la cristalización en el separador, agua al líquido de lavado antes de ser pulverizado éste en el separador mecánico de trabajo intensivo. Esta adición de agua no necesita

320552

10



consistir en agua pura, sino que puede realizarse también en forma de soluciones diluidas, que deben poseer una concentración menor que las aguas madres procedentes de la cristalización.

5

La brusca condensación del sulfito amónico neutro en forma de niebla a partir del estado gaseoso, no obstante, requiere 2 moles de NH_3 por 1 mol de SO_2 . Para reducir el consumo de NH_3 , se pueden disponer delante de este escalón hasta ahora explicado del procedimiento del invento, en el que reacciona amoníaco gaseoso, uno o varios escalones, en los que parte del SO_2 es fijado en un líquido de lavado mediante absorción.

10

Para una sedimentación prácticamente completa del SO_2 en forma de una niebla, es necesario en sí emplear aproximadamente 2 moles de NH_3 para 1 mol de SO_2 . Ahora bien, en muchos casos es deseable separar del gas la mayor cantidad posible de SO_2 con la menor cantidad posible de NH_3 .

15

20

Otra mejora del invento permite separar por cada mol de NH_3 empleado, sustancialmente más de 1/2 mol de SO_2 . Para tal fin se absorbe, antes de la fase del procedimiento en que se emplea el amoníaco gaseoso, una parte del SO_2 en un escalón previo. Como líquido de absorción sirve una solución que contiene sulfito amónico y sulfato amónico, la cual absorbe el SO_2 formando bisulfito. Este escalón previo puede consistir en una torre de absorción. Ahora bien, se puede utilizar también ventajosamente un separador de salto de presión u otro dispositivo de absorción cualquiera. El líquido de absorción saliente del escalón previo, puede ser mezclado a continuación con ácido sul-

25

30



fúrico. El SO_2 liberado con ello, se desgasifica seguidamente del líquido, después de lo cual se vuelve a conducir el líquido a la instalación purificadora del gas, donde vuelve a absorber SO_2 . Debido a estos procesos, se forma en el líquido circulante continuamente sulfato amónico, con lo que se sobrepasa su solubilidad, si no se expulsa continuamente una parte de la solución.

En lugar de la extracción de solución de sulfato amónico y del suplemente correspondiente de agua, se puede, conforme a otra forma de realización del invento, obtener también en este escalón previo directamente sulfato amónico sólido. Para tal fin se hace pasar el líquido de lavado desgasificado a través de un cristalizador, en el que, mediante contacto intensivo con sulfato amónico sólido, se consigue la cristalización clasificadora de la solución sobresaturada. Para evitar una cristalización dentro de la instalación de lavado del gas del escalón previo, así como para mejorar la desgasificación del líquido de lavado después de la adición del ácido sulfúrico, ha demostrado ser conveniente calentar el líquido antes de la desgasificación y/o antes de su pulverización en la instalación de lavado del gas, mientras que el líquido en el cristalizador debe ser enfriado. El calentamiento puede realizarse, por ejemplo, por vía directa mediante serpentines calefactores incorporados. Ahora bien, es asimismo posible realizar el calentamiento mediante la adición de vapor dentro de la instalación de lavado del gas.

Para evitar con seguridad una cristalización dentro del separador y dentro del escalón previo de la purificación del gas, ha demostrado ser conveniente mantener, me-

320552



5 diante calefacción o refrigeración, una diferencia de temperatura de al menos 2°C entre el cristalizador (o los cristalizadores) y el espacio interior de la instalación de lavado del gas. A pesar de que la dependencia de la solubilidad de las sales contenidas respecto a la temperatura es relativamente pequeña, proporciona una diferencia de temperatura de 2-3°C un efecto sorprendente.

10 En muchos casos está la adición directa de vapor ligada a otras ventajas. Cuando los gases contienen SO₃, es este SO₃ transformado por el vapor en nieblas de ácido sulfúrico, que a continuación se depositan en el separador mecánico. También las combinaciones entre óxidos de nitrógeno y SO₃, que originan la formación de nieblas, son destruidas por el vapor, y las nieblas de ácido sulfúrico que con ello se forman, son recogidas a continuación asimismo en el separador. En gases que, a la vez que SO₂, contienen también SO₃ gaseoso, se ha comprobado que es muy importante una dosificación correcta de la cantidad de vapor. Una adición demasiado pequeña de vapor, dificulta la separación de la niebla formada por la adición de amoníaco, escapando una fina niebla azulada con los gases de escape purificados de la instalación de lavado de gas. Si se emplea demasiado vapor, tampoco se consigue obtener un gas definitivo exento de nieblas. Una dosificación correcta de la cantidad de vapor respecto a la cantidad de gas, hace posible, en cambio, obtener un gas definitivo ópticamente claro, totalmente invisible.

15

20

25

30 Para conseguir este gas definitivo puro, hay que agregar 0,5 - 10 g de vapor por m³ de gas, en C.N. El gas definitivo más puro, se pudo conseguir en la gama 1 - 4 g



por m³ de gas en C. N.

En otra forma de realización del procedimiento, se emplea el mismo líquido como líquido de inyección para el escalón previo y el escalón principal de la purificación del gas. Ello eleva la seguridad de servicio y hace posible el funcionamiento de la instalación empleando únicamente una bomba para líquido.

La cantidad de SO₂ absorbido en el escalón previo, se puede fijar mediante el tamaño de este escalón previo. Ha demostrado ser conveniente elegir el escalón de absorción lo suficientemente grande para que en el líquido circulante se establezca un valor pH de 4,6 a 5,4. Mientras más SO₂ sea absorbido en el escalón previo, tanto más bajo es el valor pH. La práctica ha demostrado, que en este escalón previo se puede absorber aproximadamente 40 a 70 % de todo el SO₂. La adición de amoníaco después del escalón previo a la corriente de gas, se regula de acuerdo con la pureza del gas definitivo. Los vestigios de SO₂ todavía existentes en el gas definitivo, pueden ser determinados continuamente para tal fin.

En la alimentación de amoníaco a la corriente de gas, se pueden evitar obturaciones en las aberturas de salida del amoníaco, mezclando el amoníaco con aire u otro gas, antes de agregarlo a la corriente principal de gas de la instalación purificadora de gas. También pueden ser empleados dos tubos concéntricos como dispositivo de iniciación, fluyendo el NH₃ a través del tubo inferior y aire a través del tubo envolvente exterior.

Los productos definitivos del producto no necesitan ser imprescindiblemente sulfato amónico sólido o una solución de sulfato amónico, si bien, naturalmente, en muchos casos es

320552.10



5 muy ventajoso trabajar con vistas a estas sustancias. El procedimiento puede estar estructurado naturalmente también de tal forma, que se obtenga una solución del sulfito o de bisulfito, o bien sulfito sólido. Mediante la reacción de los sulfitos amónicos con otras lejías, por ejemplo, KOH, NaO o $\text{Ca}(\text{OH})_2$, pueden transformarse los sulfitos amónicos en los correspondientes otros sulfitos, y liberarse el amoniaco para ser conducido nuevamente al lavado del gas.

10 En el procedimiento se puede obtener también SO_2 al 100 %. Para ello es conveniente subdividir en dos escalones la desgasificación del líquido circulante. Esta subdivisión hace posible también una dosificación sencilla y segura del ácido sulfúrico agregado. A un primer escalón
15 de desgasificación se conduce a este respecto únicamente una corriente parcial del líquido en circulación. Esta corriente parcial se mezcla con H_2SO_4 en exceso, de modo que después de la desgasificación del SO_2 se alcanza en el líquido un valor fijado, por ejemplo, en la gama de 1-10 %
20 de H_2SO_4 libre.

El ácido libre, una vez desgasificado, puede ser determinado de manera continua, simplemente por medio de la medición de la conductividad. Esta medición proporciona la magnitud reguladora para la adición mediante mezcla
25 del H_2SO_4 . La corriente de salida del primer escalón de desgasificación, que todavía contiene H_2SO_4 , se mezcla con la segunda corriente parcial del líquido circulante, conduciéndose a un segundo escalón de desgasificación. El gas obtenido en el segundo escalón, que contiene SO_2 , puede
30 ser devuelto a la corriente de gas enbruto de la instala-



ción purificadora de gas, si no existe ninguna posibilidad apropiada de aprovechamiento. El SO_2 al 100 % expulsado del primer escalón de desgasificación puede, una vez secado, ser comprimido y licuado.

5 Ejemplos de realización

La estructura de una instalación purificadora de gases conforme al invento, montada detrás de una instalación de contacto de ácido sulfúrico, ha sido representada esquemáticamente en la fig. 1. La caja 1 de un separador PETERSEN de salto de presión de dos escalones, tiene a la izquierda, en la parte de abajo, un tubo de empalme A para la entrada de gas y, a la derecha de la parte de arriba, un tubo de empalme B para la salida del gas. Los gases son aspirados por el ventilador 4 e impulsados a través del separador. Los gases en bruto (temperatura entre 50 y 60°C) contienen aproximadamente 5g/m³ de SO_2 y además nieblas de ácido sulfúrico. Con C ha sido designado el escalón previo, y con D el escalón principal del procedimiento. Tanto el escalón previo, como también el escalón principal del procedimiento, emplean paquetes anulares de toberas como elementos separadores. En el escalón previo C se emplean los paquetes anulares de toberas 2 como dispositivo de absorción. En las ranuras existentes entre los anillos de toberas, queda asegurado un contacto muy intenso entre el gas y el líquido inyectado mediante pulverización. En el escalón principal D son aprovechados los paquetes anulares de toberas 3 especialmente para la precipitación del sulfito amónico formado. El líquido de lavado es inyectado con la bomba 5, a través de las conducciones 5' y 5", en la corriente de gas, tanto delante

10
15
20
25
30

320552



del escalón previo, como también delante del escalón principal. Su temperatura oscila entre 30 y 40°C. El líquido pulverizado en el escalón precio C, es arrastrado en su mayor parte por la corriente de gas y separado en los paquetes anulares de toberas 2. Debido a la atomización y a la separación ha absorbido el líquido aproximadamente 50 % del SO₂ contenido en el gas, fluyendo a continuación a través de la conducción 6' en dirección al permutador de calor 6. En el permutador de calor puede el líquido ser calentado mediante cambio indirecto de calor, por ejemplo, con serpentines de vapor 16, aumentando su temperatura 3°C. A continuación es conducido al desgasificador 7, a través de la conducción 7'. En este desgasificador se agrega también ácido sulfúrico a través de 7". El desgasificador es alimentado por el ventilador 8 con aire, que absorbe el SO₂ expulsado y sale a través de la conducción 8".

Este aire cargado de SO₂, es devuelto a la instalación de contacto y sirve como aire diluyente para la oxidación catalítica del SO₂, que se transforma en SO₃. El líquido de lavado desgasificado pasa por la conducción 9' para llegar al cristalizador 9, que está equipado con un mecanismo agitador. Este cristalizador es enfriado en 2 a 3º mediante un serpentín 15, por el que circula agua de refrigeración. Del cristalizador se extrae continuamente sulfato amónico sólido a través de la conducción 9". Las aguas madres vuelven a fluir a través de la conducción 10' para volver al recipiente de alimentación 10. Este recipiente de alimentación está equipado con un dispositivo de calefacción 16. Parte del líquido impulsado por la bomba 5, es incorporado, mediante pulverización, a la corriente de gas



a través de la conducción 5", delante del escalón principal D de la instalación purificadora de gas. Además se insufla en la corriente de gas, a través de la tubería 14 de delante del escalón principal y con ayuda del ventilador 14, aire que contiene amoníaco. El NH_3 se agrega a través de la conducción 14". El Sulfito amónico formado y el líquido incorporado mediante pulverización, son separados en los paquetes anulares de toberas 3.

El líquido saliente del escalón principal, fluye a través de la conducción 11' para llegar al cristizador 11, que está equipado con un mecanismo agitador R. Este cristizador puede ser enfriado en 2 a 3°C mediante los serpentines refrigeradores 15. Del cristizador se extrae continuamente sulfato amónico sólido a través de la conducción 11". Las aguas madres vuelven al recipiente de alimentación 10 a través de la conducción 10". Desde la conducción de vapor 12, y por medio de las válvulas 13, se puede insuflar vapor a través de las conducciones 12' y 12", tanto al escalón previo C, como también al escalón principal D de la instalación purificadora de gas. Mediante este vapor se puede llevar a cabo el caldeo del espacio interior del separador. En este caso no es preciso calentar el recipiente de alimentación. Ahora bien, se pueden aplicar también ambas medidas a un mismo tiempo.

Los gases purificados que salen del ventilador 4, contienen menos de 0,1 g/m³ de SO_2 y están exentos de nieblas de ácido sulfúrico. La instalación trabaja de manera continua y proporciona como producto sulfato amónico solamente.

La fig. 2 muestra una instalación para la extrac-



ción de SO_2 desde una corriente de gas, que contiene 5 a 10 g de SO_2 por m^3 . Los gases purificados contienen menos de 0,2 g de SO_2 por m^3 . En la forma de realización de la instalación conforme a la fig. 2 se puede obtener un SO_2 de porcentaje más elevado que de acuerdo con la forma de trabajo según la fig. 1. Si así se desea, se puede obtener por este esquema de procedimiento también un gas de SO_2 al 100 %.

Se emplea nuevamente un separador PETERSEN de salto de presión de dos escalones, que está dispuesto en la caja 1, dotada de tubo de entrada A para el gas, y de tubo de salida B para el gas. Los gases son aspirados nuevamente por el ventilador 4 e impulsados a través del separador. El separador posee asimismo un escalón previo C y un escalón principal D, equipados ambos con paquetes de anillos de toberas en calidad de elementos separadores. En horno a la sencillez, ha sido representado aquí tan sólo un paquete de éstos, si bien pueden naturalmente encontrar aplicación varios de tales paquetes anulares de toberas. Lo mismo que en la instalación conforme a la fig. 1. El líquido de lavado es pulverizado con la bomba 5 en los dos escalones C y D, a través de las conducciones 5' y 5". El recipiente de alimentación 10 está incorporado en este caso directamente a la caja 1. En este recipiente vuelven a fluir las aguas madres procedentes de la cristalización.

Para el escalón principal D se introduce amoníaco a través de la conducción 14, regulándose la cantidad de adición automáticamente por el aparato analizador 17, conforme al contenido de SO_2 de los gases definitivos en el tubo de salida B. Como magnitud de medida para el conte-



nido de SO_2 , se emplea la conductibilidad de una pequeña corriente de agua. Esta corriente de agua se lava en una bombona de lavado de gas, intensamente con una corriente de gas analítica del gas definitivo. La corriente de gas analítico asciende tan sólo a aproximadamente 50 l/hora.

El líquido separado en el separador de salto de presión 2, cargado con SO_2 , fluye a través de la conducción 6' y es impulsado por la bomba dosificadora 18 y a través de la conducción 19, para llegar al recipiente intermedio 20, que está elevado. Este recipiente distribuye la lejía cargada con SO_2 a través de la conducción 21, dotada de la válvula 22, para hacerla llegar al aparato desgasificador 23, y a través de la conducción 24, para hacerla llegar al aparato desgasificador 25.

En el desgasificador 23 se encuentra un recipiente mezclador 26, al que fluye, por un lado, lejía procedente de la conducción 21, y, por otro lado, ácido sulfúrico procedentes de la conducción 27, dotada de la válvula 28. La mezcla producida por el mecanismo agitador 29, cae por encima del borde del recipiente mezclador 26 sobre la carga del desgasificador 23, y los gases liberados pasan por la conducción 30, para llegar a la instalación de contacto, que no ha sido representada. El desgasificador 23 trabaja prácticamente como generador de SO_2 . Se puede producir un gas, consistente en SO_2 puro.

La parte de lejía liberada de SO_2 en el desgasificador 23 y que contiene sulfato amónico, sale a través de la conducción 31 y se reúne con la parte de lejía todavía sin desgasificar, procedente de la conducción 23, en la parte superior del aparato desgasificador 25, que está provis-

320552

- 2



to de la camisa de vapor 32. El vapor es alimentado a través de la conducción 33 y el producto de condensación sale por la conducción 34. Debido al calentamiento, es expulsado de la mezcla formada en la parte superior del desgasificador 25 más SO_2 que, a través de la tubería 35, penetra por abajo en el desgasificador 23, escapando de éste, junto con los gases de SO_2 desprendidos allí, a través de la conducción 30. Si se desea producir en el desgasificador 23 SO_2 al 100 %, no se conducen los gases de salida del desgasificador 25 al desgasificador 23, sino se siguen tratando por separado, o bien se devuelven al gas de entrada del separador PETERSEN de salto de presión.

La lejía desgasificada fluye al recipiente cristalizador 35, en el que se insufla aire a través de la conducción 36, aire que se junta con los gases de SO_2 en el desgasificador 25. En el recipiente 35 se produce una cristalización clasificadora. La masa de cristales es extraída por el fondo a través del inyector 37 y vertida por la conducción 38 en el vertedero o canaleta 39, desde donde cae a la centrífuga 40.

Mediante un aparato analizador 41, se mide el contenido de ácido sulfúrico libre contenido en la lejía saliente del primer desgasificador 23 a través de la conducción 31, o bien una característica dependiente de dicho contenido, por ejemplo, la conductibilidad, y se controla la adición de ácido sulfúrico mediante accionamiento de la válvula 28.

La lejía que sale del separador de salto de presión 3 del escalón principal D a través de la conducción 42, llega al recipiente de cristalización 43, donde se pro-



duce asimismo una cristalización directa de sulfato amónico, La masa de cristales descendente es impulsada asimismo mediante el inyector de aire comprimido 44, a través de la conducción 45, a la canaleta 39, desde donde se desliza a la centrífuga 40. Las aguas madres aquí centrifugadas, vuelven a salir por la conducción 46, conjuntamente con las aguas madres procedentes de los recipientes de cristalización 35 y 43, que salen de allí por encima de los desagües o rebosaderos 47 y 48 y a través del tubo 49.

La pérdida de agua que tiene lugar durante la circulación de la lejía, se suplementa desde la conducción 50, cuya válvula 51 es gobernada por el flotador 52 en el recipiente de alimentación.

Debido a la sedimentación del SO_3 , de la niebla de H_2SO_4 y del SO_2 en lejía concentrada de sulfato amónico, así como a la descomposición ulterior del sulfito con ácido sulfúrico, se produce en el líquido circulante, en dos lugares, una sobresaturación de la solución, que conduce a la cristalización directa de sulfato amónico, Estos dos lugares son los cristalizadores 35 y 43 que, mediante los tubos refrigeradores 53, se mantienen 2 a 5°C más fríos que el espacio interior del separador PETERSEN de saldo de presión. Con este procedimiento conforme al invento se puede por lo tanto, sin necesidad de una evaporación especial, obtener directamente sal sólida 54. Ahora bien, si así se desea, se puede hacer funcionar la instalación también de manera que como producto se obtenga una solución de sulfato amónico.

Esta solicitud que corresponde a las presentadas en la República Federal Alemana el 19 de Diciembre de 1964

320552



nº P.35.726 IVc/24g y 28 de Abril de 1.965 nº P 36656
IVc/24g, se acoge a los beneficios del artículo 51 del
vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- N O T A -

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

1.- Un procedimiento para la extracción del SO_2
contenido en corrientes de gas mediante la adición de amoníaco
gaseoso a la corriente y la separación de la niebla
15 formada, caracterizado por que se añade amoníaco gaseoso
a los gases de SO_2 húmedos o se inyecta por pulverización
en gases de SO_2 secos un líquido que cede agua y amoníaco
gaseoso a la corriente de gas y se inyecta por pulveriza-
ción un líquido que contiene sulfito o bisulfito amónico
20 y/o sulfato amónico y a continuación se conduce el gas a
un secador mecánico de trabajo intensivo a efectos de se-
dimentar la niebla y el líquido pulverizado.

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivin-
dicación 1, caracterizado porque la dosificación de la can-
25 tidad de amoníaco agregado, se practica a base del conteni-
do de SO_2 en el gas purificado.

3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivin-
dicaciones 1 y 2, caracterizado por ser empleado un separa-
dor mecánico que descompone la corriente de gas en corrien-
30 tes parciales de un grueso inferior a 5 mm., preferentemen-



te de 0,2 a 2 mm de grueso, y que posee una resistencia frente al gas superior a 40 mm de columna de agua, preferentemente entre 80 y 350 mm de columna de agua.

5 4.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la solución cargada con sulfito o bisulfito amónico adicionales, o parte de dicha solución, es conducida, junto con la cantidad de circulación precisa para una cristalización clasificadora, a un recipiente separador, mientras que las aguas madres, 10 una vez separado el sulfato amónico, son conducidas nuevamente al lavado de gas.

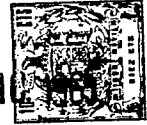
15 5.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque, antes de la adición del amoníaco, parte del contenido de SO_2 de la corriente de gas es absorbido en un líquido de lavado de gas que contiene sulfito amónico y sulfato amónico, formando bisulfito en una torre de absorción, en un separador de salto de presión o en cualquier otro dispositivo de absorción.

20 6.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el líquido de lavado, enriquecido con SO_2 en el escalón previo, es mezclado después de salir del dispositivo de absorción, al menos parcialmente con ácido sulfúrico, desgasificándose del líquido de lavado el SO_2 liberado, después de lo cual se conduce el líquido de nuevo a la instalación purificadora de 25 gas.

30 7.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el líquido desgasificado, al menos en parte, es conducido, antes de ser devuelto a la instalación de lavado de gas, a través de un

320552

10 DIC



cristalizador, en el que, mediante contacto con sulfato amónico sólido, es hecha cristalizar la solución sobresaturada de sulfato amónico como consecuencia de la adición del ácido sulfúrico.

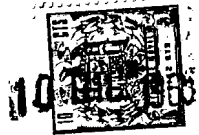
5 8.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque, a efectos de mejorar la desgasificación y de impedir una cristalización en la instalación de lavado de gas, el líquido de lavado es calentado antes de la desgasificación y delante o en la
10 instalación de lavado de gas, y es enfriado delante o en el cristalizador.

 9.- Un procedimiento para la extracción de SO_2 contenido en corrientes de gas, mediante la adición de amoníaco gaseoso a la corriente de gas y separación de la niebla formada, en especial de acuerdo con la reivindicación
15 1, caracterizado por agregarse vapor al gas antes de ser mezclado con el amoníaco y, eventualmente, antes de pulverizarse en él la solución que contiene sulfito amónico o sulfato amónico.

20 10.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por agregarse 0,5 a 10 g, preferentemente 1 a 4 g de vapor por m^3 de gas en condiciones normales.

 11.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque, mediante calentamiento o enfriamiento, se mantiene una diferencia de temperatura del líquido en circulación de al menos $2^{\circ}C$, preferentemente no superior a $10^{\circ}C$, entre los cristalizadores
25 y el espacio interior de la instalación de lavado de gas.

30 12.- Un procedimiento de acuerdo con las reivin-



dicaciones 1 a 11, caracterizado porque para el escalón previo de absorción, se emplea el mismo líquido de pulverización que para el segundo escalón siguiente destinado a depositar la niebla de sulfito amónico.

5 13.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque la expulsión del SO₂ del líquido de lavado, se lleva a cabo en dos escalones, mezclándose parte del líquido de lavado con ácido sulfúrico en exceso y desgasificándose en un primer escalón, y conduciéndose la mezcla a un segundo escalón de desgasificación.

10 14.- Un procedimiento para la extracción del SO₂ contenido en corrientes de gas.

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

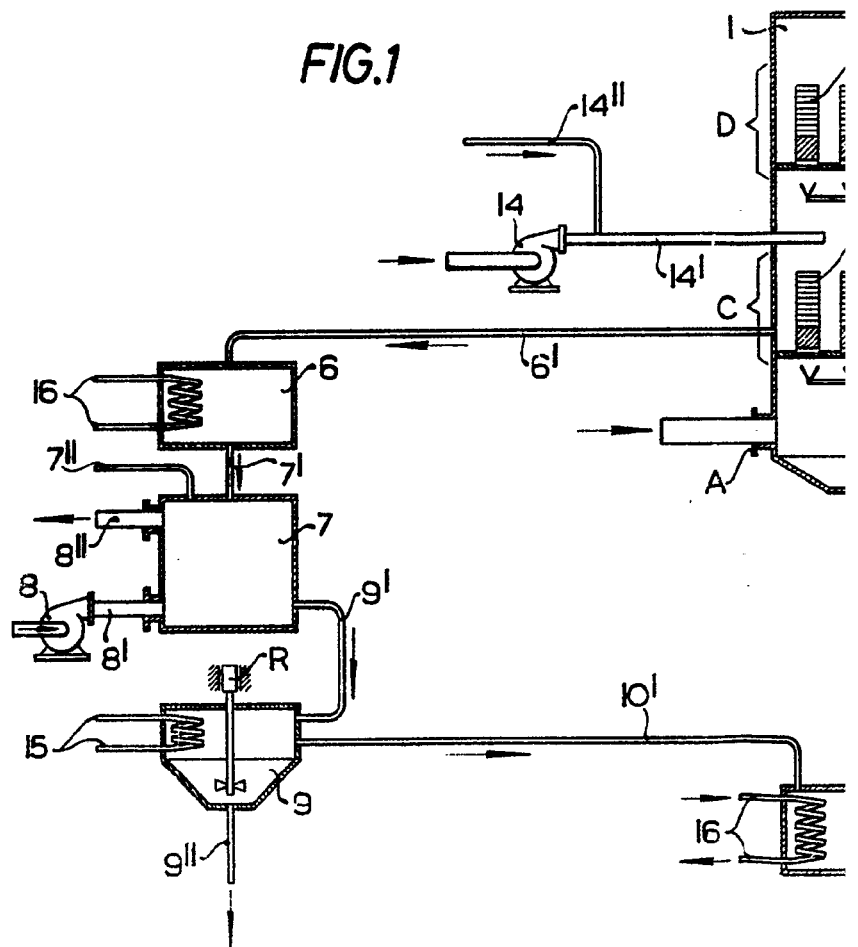
Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

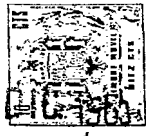
20 Madrid, 10 DIC. 1965

P. A.

Albano de Elizaburu
Por Poder

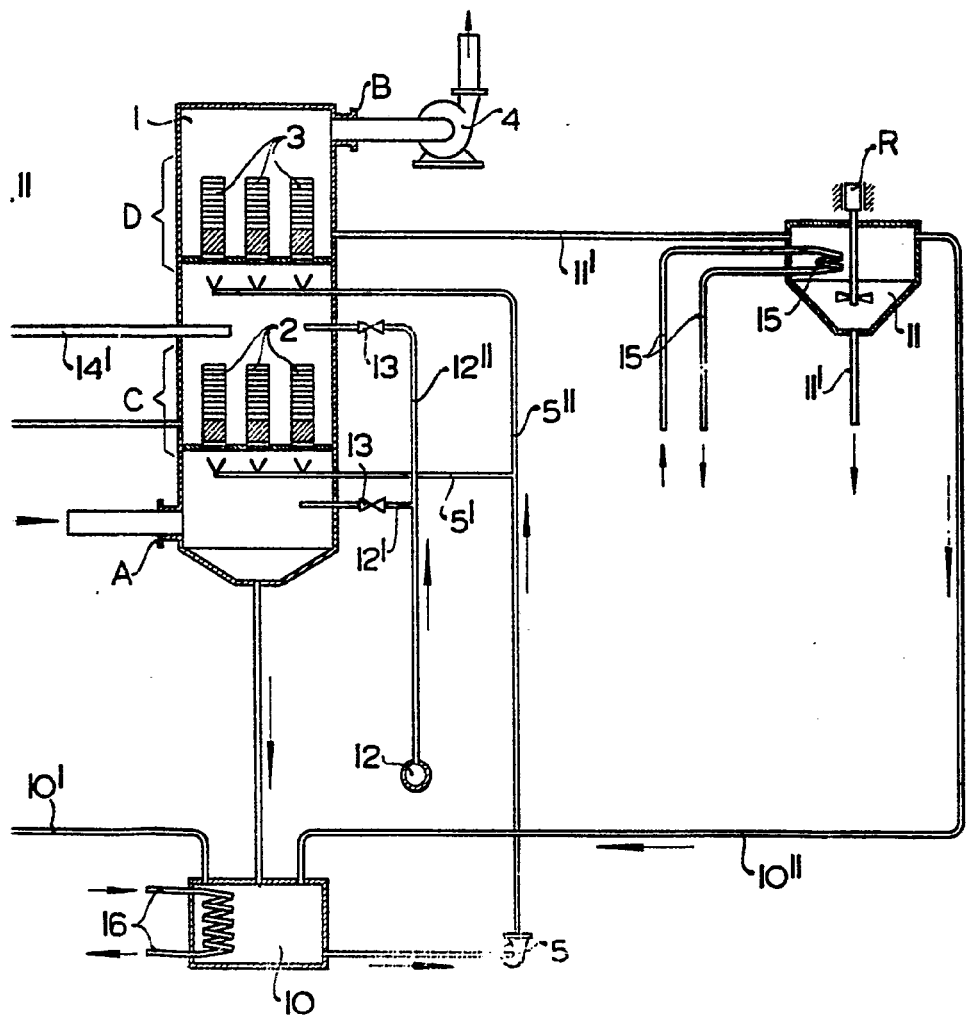
FIG.1





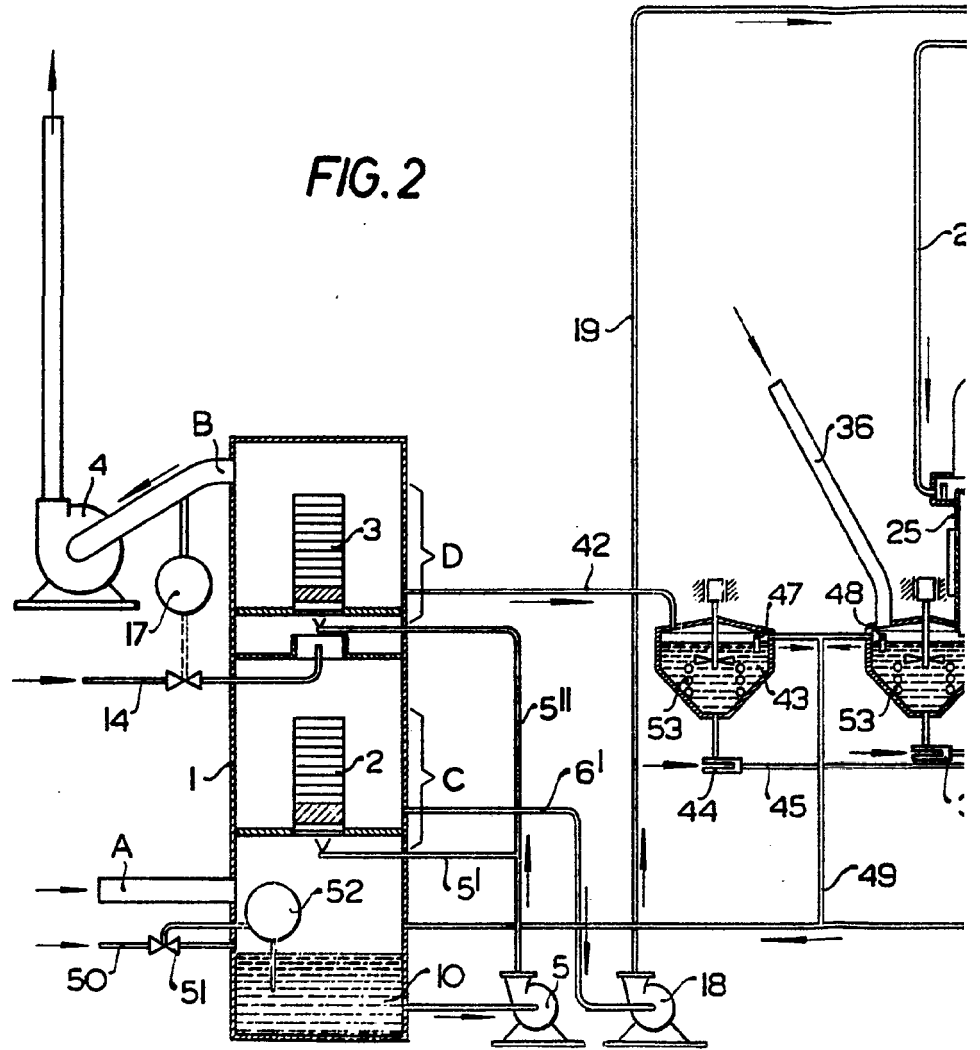
10

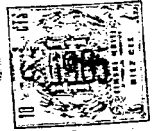
320552



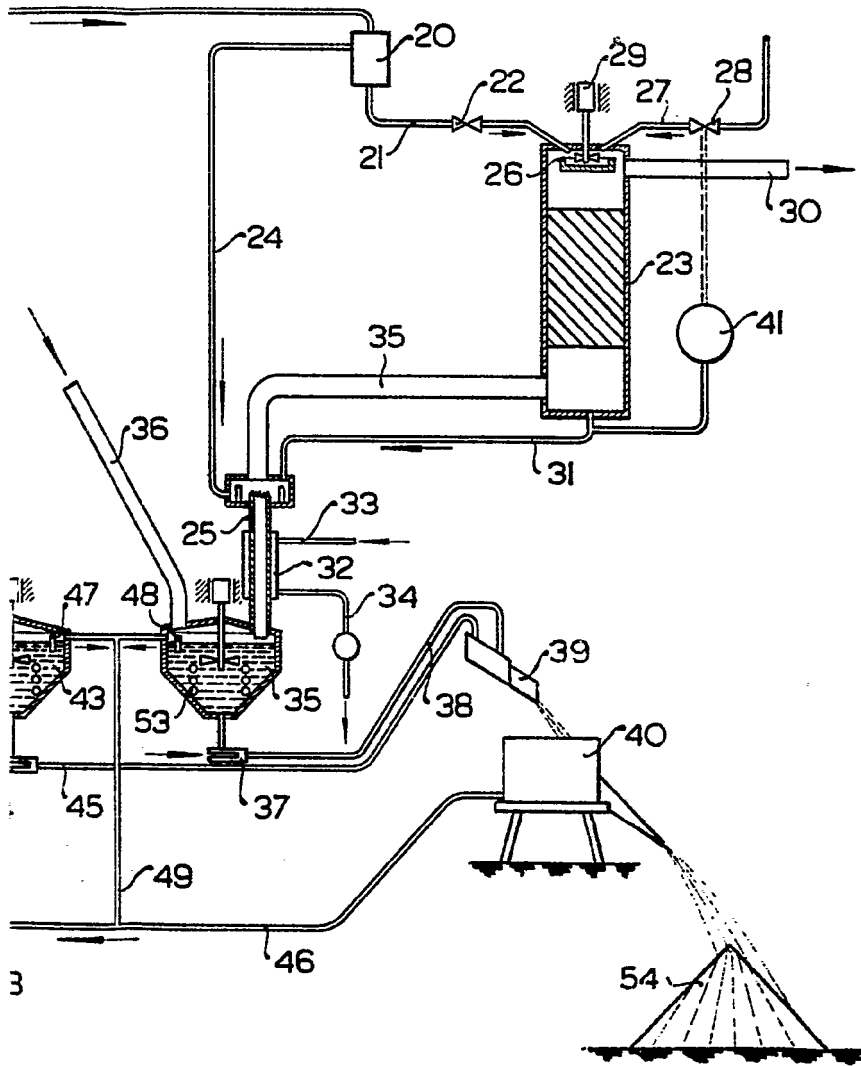
Caru

FIG. 2





320552



Carlin