

365207

PATENTE DE INVENCION

Docket: 422.118 Spain.

SECCION TECNICA	_____
CLASIFICACION I. P. G.	_____
CLASE B-01	_____
SUBCLASE b.	_____

3.ª COPIA

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA SEPARAR BLOXIDO DE AZUFRE  
DE UNA CORRIENTE GASEOSA.

=====

*Solicitante:* WELLMAN-LORD, INC., entidad norteamericana, residente  
en New Mulberry Highway, Lakelan, Florida, 33803,  
EE. UU. de A.

=====

Esta invención se relaciona con un procedimiento de recuperación de dióxido de azufre a partir de gases que lo contienen, en el que los gases son puestos en contacto, en una zona de absorción, con una solución absorbente acuosa de un sulfito, por ejemplo, un sulfito

5.



5. metálico seleccionado del grupo consistente en sulfatos de potasio, cesio y rubidio, para producir una solución absorbente acuosa agotada que contiene al correspondiente bisulfito y materiales disminuidores de la presión parcial de  $\text{SO}_2$ ; luego se separa el bisulfito de dichos materiales, por ejemplo, en una zona de cristalización, y se descompone el bisulfito para liberar dióxido de azufre en una zona de destilación.

10. En otro aspecto, esta invención se relaciona con un procedimiento y un aparato para separar contaminantes sólidos particulados y suspendidos, por ejemplo, ceniza volante, o contaminantes gaseosos solubles en líquido, por ejemplo  $\text{SO}_3$ , de una corriente gaseosa, relacionándose particularmente con la separación selectiva de contaminantes de este tipo usando medios de transferencia de masa.

15. Los gases residuales que contienen dióxido de azufre abarcan numerosos gases industriales, tales como gases de fundidores, gases residuales de muchas plantas químicas, gases de chimenea o de horno, de hornos de combustión de petróleo o carbón, tales como los usados en plantas productoras de energía eléctrica, gases residuales de hornos de azufre, tales como los usados en plantas productoras de ácido sulfúrico, etc. Con frecuencia, estos gases contienen adicionalmente cantidades menores de sólidos particulados y suspendidos y otros tipos de contaminantes, por ejemplo trióxido de azufre.

20. Los gases de chimenea emitidos por hornos de combustión de carbón, por ejemplo, arrastran un sólido particulado, conocido por ceniza volante, que puede contener también

25.

30.



- trióxido de azufre adsorbido. Otros gases residuales que contienen  $\text{SO}_2$  pueden poseer poco o ningún sólido particulado, pero pueden contener cantidades notables de  $\text{SO}_3$ . Así, por ejemplo, los gases residuales de quemadores de azufre empleados en la producción de ácido sulfúrico, aunque sustancialmente desprovistos de sólidos suspendidos, contienen variables proporciones de  $\text{SO}_3$ , ordinariamente presente en forma de niebla o finas gotas. Inversamente, es también concebible que puedan formarse gases residuales que contengan  $\text{SO}_2$  y que estén sustancialmente desprovistos de  $\text{SO}_3$ , pero que contengan contaminantes sólidos suspendidos. Sin embargo, generalmente, cuando el  $\text{SO}_2$  es un producto de combustión presente en los gases residuales, se encontrarán también presentes cantidades menores de  $\text{SO}_3$ ; por ejemplo, la combustión de materiales que contienen azufre a temperaturas de llama superiores a  $1371^\circ\text{C}$  aproximadamente, con frecuencia tiene por resultado la producción de unas 2 partes de  $\text{SO}_3$  por 98 partes en peso de  $\text{SO}_2$ .
5. La presencia de uno de estos contaminantes adicionales, o de ambos, en gases residuales que contienen  $\text{SO}_2$ , ha creado problemas en el método de recuperación de  $\text{SO}_2$  anteriormente descrito, que aminoran el interés económico del método. Así, el  $\text{SO}_3$  presente en los gases residuales tiende a reaccionar con el sulfito potásico presente en la solución absorbente, para dar sulfato potásico, cuyo último material cristaliza generalmente con el piro-sulfito potásico cuando se separa usando una subsiguiente cristalización como operación de separación.
10. Como dicho material puede ser uno que disminuya la pre-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

22 ABR 1969



- sión parcial del dióxido de azufre y que consuma sulfito potásico, se separará deseablemente sulfato potásico, con un gasto adicional, de los cristales de piro-sulfito antes de calentar éstos para liberar  $SO_2$ , si ha de conseguirse una plena eficacia del procedimiento. Aunque pueden explotarse para este fin las diferentes solubili-dades en agua del sulfato y el piro-sulfito, la necesidad de tal operación adicional de separación disminuye el valor económico del procedimiento.
- 5.
10. En cuanto a la presencia de sólidos particulados y suspendidos en los gases residuales que contiene  $SO_2$ , tratados de acuerdo con el método antes indicado, deri-van varios inconvenientes de ello. La ceniza volante, por ejemplo, es un material extremadamente abrasivo y, si no se separa, puede presentar graves problemas de ercsión para los accesorios, recipientes, etc., de la totalidad del sistema, teniendo a separarse en éste como una masa sólida, dando lugar a un grave problema de atascamiento. Asimismo, como queda indicado, la mayor parte del  $SO_3$  contenido en tales gases residuales se encuentra presente por adsorción sobre las superficies de las partículas de ceniza volante y, por consiguiente, es más fácil que quede sin separar de los gases, si no se separa la propia ceniza. Si se encuentran presentes sólidos desmenuzados en los gases enviados a la operación de absorción química, aparecen otros problemas, en el sentido de que los sólidos resultan arrastrados en la solución absorbente y, si no se separan luego, tenderán a acumularse concentrada-mente al regenerarse y reciclarse la solución absorbente, reduciéndose así lenta y continuamente las propiedades ab
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



sorbentes de  $\text{SO}_2$  de la solución, pudiendo obstaculizar la separación, por ejemplo por cristalización, de bisulfito potásico.

5. Con frecuencia, los sólidos particulados y suspendidos que se encuentran en los gases residuales que contienen  $\text{SO}_2$  son los componentes no combustibles de combustibles fósiles, a cuyos componentes se hace referencia frecuentemente por ceniza volante, mencionada anteriormente y descrita más adelante.
10. Se ha descubierto ahora, sorprendentemente, que mediante una modificación del citado procedimiento de recuperación de  $\text{SO}_2$ , de manera que la corriente fluyente de gases residuales sea depurada con agua antes de enviarse a la zona de absorción química, los sólidos particulados y suspendidos, si se encuentran presentes, son separados sencilla y eficientemente de los gases para proporcionar un nivel aceptablemente bajo de contenido en sólidos en aquéllos antes de su envío a la operación de absorción. Como adicional beneficio de la operación de predepurado, se ha observado que se absorben cantidades menores de trióxido de azufre, si se encuentra presente en los gases, por el agua depuradora, siendo asimismo separados de los gases antes de que sean éstos puestos en contacto con la solución absorbente de sulfito potásico.
15. El resultado observado por la interposición de esta operación de predepurado entre la fuente de los gases residuales y la zona de absorción química en el sistema de recuperación de  $\text{SO}_2$ , es el de que los gases residuales que contienen sólidos suspendidos en proporciones tan elevadas como de 10 granos por  $0,028 \text{ m}^3$ , aproximada-
- 20.
- 25.
- 30.



- mente, de gas, o proporciones mayores aún, pero que con frecuencia contienen de 1 a 8 granos aproximadamente por 0,028 m<sup>3</sup>, son tan eficazmente limpiados de los sólidos, que se evita esencialmente y con facilidad el problema de la contaminación y acumulación de sólidos en el proceso de recuperación de SO<sub>2</sub>. Además, como se indica anteriormente, la operación de predepurado con agua se observa que produce una notable disminución en la concentración de trióxido de azufre en los gases residuales; además, esta absorción de SO<sub>3</sub> por el agua predepurante procede selectivamente, es decir sin una notable absorción del dióxido de azufre presente. Como se expone anteriormente en relación con este proceso particular de recuperación de SO<sub>2</sub>, uno de los ventajosos efectos de la separación del trióxido de azufre de los gases residuales que penetran en la zona de absorción química, es una consiguiente disminución de la cantidad de sulfato potásico producido en la operación de absorción química y, por consiguiente, una reducción, o quizás incluso una eliminación, de la necesidad de costosas separaciones de cristales de sulfato potásico de los cristales de piro sulfito potásico. Finalmente, como el agua depuradora actúa selectivamente absorbiendo trióxido de azufre, sustancialmente la totalidad del dióxido permanece en los gases para su absorción por el sulfito potásico y, si se desea, para su ulterior recuperación como dióxido de azufre líquido de elevada pureza.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

Según sea el contenido en sólidos suspendidos en los gases a tratar, la operación de predepurado de la presente invención es tan eficaz que solamente su empleo

30.



1969

- puede ser suficiente para reducir el contenido en sólidos suspendidos a un nivel aceptable para el tratamiento de absorción con la solución acuosa de sulfito potásico. Así, la operación de predepurado es generalmente
5. eficaz para separar por lo menos un 75% en pesc, aproximadamente, de los sólidos particulados presentes en los gases residuales que penetran en dicha operación, y con frecuencia efectuará la separación del 99 ó 99,9% de ta los sólidos.
10. Con gases residuales que tienen unos contenidos en sólidos muy elevados, puede ser deseable anteponer a la operación de predepurado una operación preliminar de separación de sólidos, como por ejemplo por medios pre-separadores, por ejemplo fluyendo primeramente la corriente gaseosa a través de precipitadores eléctricos o separadores ciclónicos o varias combinaciones de ellos, para separar una porción de las partículas, especialmente las mayores. En cualquier caso, dado un gas de un determinado nivel de sólidos suspendidos, usando la operación de predepurado acuoso de esta invención, puede reducirse el contenido en sólidos a un nivel aceptable con ayuda de muchos menos de tales precipitadores y centrifugadoras respecto a los que en caso contrario se necesitarían.
15. La concentración de  $SO_3$  presente en los gases residuales que pueden tratarse de acuerdo con el método de la presente invención, variará según la fuente u origen de los gases. En consecuencia, aun cuando determinados gases residuales que contienen  $SO_2$  se hallen desprovistos de sólidos suspendidos, pero contengan  $SO_3$ , el
20. presente procedimiento es eficaz para separar el  $SO_3$  an-
- 25.
- 30.



- tes del contacto de los gases residuales con la solución absorbente de sulfito potásico. En este caso, la ventaja a obtener por la operación de predepurado, como se indica anteriormente, es una disminución de la subproducción de indeseable sulfato potásico en la solución absorbente química. Por lo tanto, el presente procedimiento es útil para el tratamiento de gases residuales que contienen  $\text{SO}_2$  y que además contienen sólidos particulados y suspendidos o trióxido de azufre o ambas cosas, Si el contenido en sólidos desmenuzados del gas es extremadamente bajo, por ejemplo contiene menos de 0,5 granos por  $0,028 \text{ m}^3$  aproximadamente, puede ser deseable añadir sólido desmenuzado, por ejemplo ceniza volante, a la corriente gaseosa para activar y absorber  $\text{SO}_3$ , permitiendo así una eficiente separación de los sólidos particulados que contienen  $\text{SO}_3$  absorbido, por la operación de predepurado.
- 5.
- 10.
- 15.

Existen otras características únicas de un aparato y un procedimiento empleados en el sistema aquí descrito para recuperar  $\text{SO}_2$  de gases y recuperar subsiguientemente el  $\text{SO}_2$  en forma relativamente pura.

20.

Una de estas características implica el uso de una cubierta dispuesta sobre la entrada de gases y extendida hacia el exterior, hasta el reactor, para evitar que el líquido contenido en el recipiente entre el contacto con los gases entrantes en la abertura de entrada y separe sólidos de los gases, que pueden acumularse en el reborde de la abertura de entrada y obstruirla.

25.

Otra de dichas características únicas se relaciona con el reactor, que proporciona una zona de reac-

30.



ción provista por lo menos de uno o más platos de contacto que son pulverizadas desde abajo con la solución salina acuosa, por ejemplo solución de sulfito.

5. Otra de dichas características únicas se relaciona con una zona de arrastre para separar gotas del producto de reacción de los productos gaseosos de la zona de reacción, usando un material de malla tejida y medios pulverizadores para pulverizar el material desde ambos lados con una solución, por ejemplo de sulfito.

10. Otra de las mencionadas características únicas se relaciona con la separación del bisulfito mediante vaporización de agua de la solución de bisulfito, por ejemplo en una cámara de evaporación rápida para sobresaturar la solución y precipitar, por ejemplo en una proporción equivalente a la del dióxido de azufre separado de los gases residuales. Ventajosamente se usarán condiciones para precipitar cristales que tengan un tamaño adecuado para un filtrado en tambor al vacío. Los cristales son ventajosamente redissueltos antes de calentarlos para regenerar el dióxido de azufre. Ventajosamente se usa una porción de esta solución resultante en un estado de casi saturación para lavar y mejorar la pureza de los cristales en el filtro de tambor.

20. Otra de las citadas características únicas se relaciona con el uso de múltiples columnas de destilación y también con el incremento de la concentración de la alimentación de suspensión en la
- 30.



columna. Otra característica se relaciona con el uso de un agente separador de gases inertes en una columna usada para recuperar gas dióxido de azufre del bisulfito producido en el procedimiento, así como para

5. concentrar la solución de sulfito-bisulfito del reactor antes de introducirla en la columna de destilación.

La presente invención puede ilustrarse mejor con referencia a los adjuntos dibujos y al siguiente ejemplo, que no deberán considerarse como limitativos de la invención.

10.

La figura 1, es una representación esquemática de operaciones de un sistema destinado a la recuperación de  $SO_2$ , cuyo sistema incorpora la presente invención ventajosamente.

15.

La figura 2, es una vista esquemática y ampliada de la columna de absorción 10 del sistema ilustrado en la figura 1.

La figura 3, es una vista en sección de una unidad destinada a separar sólido desmenuzado o contaminantes solubles en líquido de una corriente gaseosa.

20.

La figura 4, es una vista en alzado de un plato de soporte de la columna de relleno.

Las figuras 5 a 11 ilustran tres deseables construcciones de cubierta; y

25.

La figura 12, es una ilustración esquemática de operaciones de un sistema destinado a la recuperación de  $SO_2$ , provisto de una zona de descomposición modificada.

30.



- Con referencia ahora a las figuras 1 y 2, se introduce en el reactor 10 una corriente gaseosa que contiene dióxido de azufre, por ejemplo gases de chimenea de una planta productora de energía eléctrica o gases residuales de una planta industrial, por ejemplo una planta productora de ácido sulfúrico, o gas que contiene sólidos particulados de una planta productora de aluminio, cuyo reactor posee un diámetro interno de 762 mm y está construido de acero inoxidable tipo 304, presentando además cualquier revestimiento de material adecuado y resistente a la corrosión, que resista al ácido sulfúrico débil, por ejemplo revestimientos de resinas sintéticas adecuadas o de plomo. El gas pasa a través del conducto 12, que tiene un diámetro interno de 304,8 mm. El reactor es típicamente de una longitud de 6,3 m a lo largo de la línea B-B.

- Las proporciones y ritmos indicados a lo largo de esta descripción para especificaciones sobre gases y líquidos, se basan en un reactor que tiene estas dimensiones en su diámetro interno, es decir 762 mm, o un área en sección transversal de  $0,44 \text{ m}^2$  aproximadamente, y distancias entre los componentes situados en el reactor. Es evidente para los expertos en el arte que las proporciones y ritmos de gases y líquidos usados variarán según el tamaño del reactor empleado y las distancias entre los componentes utilizados en el reactor; sin embargo, puede hacerse referencia a aquéllos como equivalentes dentro del ámbito de la invención. Además, aunque se describe aquí la invención usando potasio como metal en un sistema de

12 ABR 1968

sulfito -bisulfito metálicos, también es aplicable a sulfitos de cesio o rubidio.

- La concentración de dióxido de azufre en tales gases es generalmente de 0,001 a menos del 5 moles %, aproximadamente, y con frecuencia es inferior a 0,5 moles % aproximadamente (el 1% en peso, aproximadamente). Por ejemplo, una moderna planta productora de energía eléctrica, de 1,350.000 kw de capacidad, quemará aproximadamente 15.000 toneladas de carbón por día. Una gran parte del carbón contiene aproximadamente un 3,5% en peso de azufre o incluso más. La emisión de dióxido de azufre de una planta de esta envergadura que use tal cantidad de carbón, sería entonces de unas 1.000 toneladas aproximadamente por día, aunque la concentración de dióxido de azufre en los gases de chimenea puede ser muy baja, por ejemplo del orden de 0,2 al 0,3 moles % dependiendo del contenido en azufre del carbón. Pueden separarse de tales gases notables proporciones, por ejemplo superiores al 75% en peso aproximadamente, de dióxido de azufre.

- Los gases residuales pueden incluir también  $SO_3$ ; sin embargo, la concentración de  $SO_3$  variará de acuerdo con el origen de los gases e incluso las temperaturas de llamada usadas en el tratamiento, entre otros factores. Ordinariamente no será superior a 0,01 moles % aproximadamente del gas, estando comprendida normalmente entre 0,0001 y el 0,01 moles % y en general la mayor parte, por ejemplo más del 70% aproximadamente, del  $SO_3$  presente en el gas, se encuentra como  $SO_3$  adsorbido sobre la superficie de los sólidos parti-



22 ABR. 1969

- culados. Una particular y ventajosa característica proporcionada por el predepurador consiste en su capacidad de separación de proporciones mínimas, por ejemplo de 0,00001 a menos de 0,005 moles % aproximadamente, de componentes solubles en líquido, presentes en la corriente gaseosa, lo cual es particularmente útil cuando el gas es tratado preliminarmente mediante preseparación, tal como se describe más adelante, y las proporciones residuales de  $\text{SO}_3$  presentes en el gas a tratar en el predepurador son mínimas.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- La corriente gaseosa del conducto 12 se encuentra generalmente a una temperatura de hasta  $427^{\circ}\text{C}$  aproximadamente, y con frecuencia a una temperatura de  $65,6$  a  $316^{\circ}\text{C}$ . Por ejemplo, adecuadas corrientes gaseosas a utilizar en este procedimiento incluyen gases de chimenea de plantas productoras de energía eléctrica que queman carbón o petróleo y que típicamente tienen una temperatura del orden de  $121$  ó  $149$  a  $182$  ó  $204^{\circ}\text{C}$ , gases residuales de plantas productoras de ácido sulfúrico, que típicamente tienen una temperatura del orden de  $65,6$  a  $93,3^{\circ}\text{C}$ , y gases residuales de fundidores, que pueden tener una temperatura de hasta unos  $427^{\circ}\text{C}$ . Sin embargo, a temperaturas superiores a unos  $204^{\circ}\text{C}$ , puede ser deseable enfriar el gas a una temperatura de  $107,2$  a  $149^{\circ}\text{C}$  aproximadamente, por ejemplo mediante templado con aire ambiente, para evitar que el reactor, su revestimiento o la operación de predepurado sean perjudicialmente afectados, Si los gases se encuentran por debajo de  $65,6^{\circ}\text{C}$  aproximadamente, puede ser deseable calentar el gas del conducto



- 12 para facilitar la separación de agua de la solución en el reactor 10. Los gases de chimenea tendrán generalmente una humedad relativa de hasta el 10% aproximadamente, y por regla general del 1 al 7%. El ventilador 28 de la figura 1, que extrae gas rectificado del reactor, puede disponerse, si se desea, de manera que insufla gas a través del reactor. Los gases rectificados que se retiran del reactor 10 a través de la chimenea 14 y los gases entrantes contenidos en el conducto 12, pueden pasarse en relación térmica o contracorriente a través de un cambiador de calor (no mostrado), si se desea.

- El dióxido de azufre es absorbido de la corriente gaseosa en la zona 30 del reactor 10 mediante absorción por reacción con una solución acuosa de sulfito potásico para producir una solución acuosa de bisulfito potásico y los gases rectificados son emitidos a través de la chimenea 14. Aunque esta ilustración utilizará el sulfito potásico, como anteriormente se señala, también pueden usarse los correspondientes sulfitos de cesio y rubidio.

- Los gases, por ejemplo los de chimenea en esta ilustración, introducidos a través del conducto 12, pasan bajo la tapa o cubierta 13, que se dispone sobre la abertura de entrada del conducto 12 en el reactor 10 y que se extiende hasta el interior de éste último en una distancia suficiente para evitar que el agua o solución pase frente a la abertura de entrada del conducto 12. Ventajosamente evita la obturación del conducto de entrada 12 por componentes, por ejemplo ce-



- niza volante, recuperados del gas en la zona 20. La cubierta 13 se extiende hacia arriba con un ligero ángulo para obligar al líquido a volver a la pared del reactor 10 y alrededor de la abertura de entrada del conducto 12, que está al ras de la pared del reactor 10. El ángulo de la cubierta 13 es generalmente de  $5$  a  $60^\circ$  y preferiblemente de unos  $10$  a  $45^\circ$ , por ejemplo  $30^\circ$ , teniendo dicha cubierta un diámetro preferiblemente igual por lo menos al de la abertura de entrada del conducto
5. 12, por ejemplo un diámetro interno de  $304,8$  mm. La porción proyectada y más elevada de la cubierta en la zona 20 está situada a una distancia suficientemente alejada de la tobera 25 para evitar una destrucción del trazado de la pulverización, pero suficientemente cercana
15. para evitar una excesiva vaporización de la niebla procedente de la pulverización y gotas que caen lejos de su objetivo o blanco, cuya distancia es generalmente de  $127$  a  $1778$  mm aproximadamente, y ventajosamente de  $254$  a  $762$  mm, por ejemplo  $381$  mm, en las disposiciones
20. aquí descritas. Cualquier líquido que resbale por la pared del reactor o choque contra la superficie levantada de la cubierta 13 es así alejado de la abertura de entrada y enviado a la pared del reactor 10, sin pasar directamente frente a la abertura de entrada.
25. Las figuras 5 a 11 ilustran tres deseables construcciones de cubierta. En la figura 5, la cubierta 13 se extiende hacia el exterior y hacia arriba hasta el reactor 10, con un ángulo de unos  $30^\circ$ . Como se muestra en la figura 6, la cubierta 13 tiene la forma de
30. medio tubo, con canales 15 extendidos a lo largo de los



- bordes hacia la pared del reactor 10. La cubierta 13" de la figura 7 se extiende también hacia arriba con un ángulo, al interior del reactor 10, lejos de la abertura de entrada 12' del conducto 12. La cubierta 13" es-
5. tá cortada con un ángulo, como se muestra, por la superficie 15", para dispersar el gas entrante del conducto 12 sobre una porción del diámetro del reactor 10. La cubierta 13" puede ser, por ejemplo, estampado de una pieza plana de metal laminar y no presenta canales a lo
10. largo del borde, aunque sí se desea pueden usarse. La cubierta 13" sería particularmente adecuada para su uso con una corriente gaseosa que posea una elevada carga de sólidos. Las figuras 9 y 10 ilustran la cubierta 13''' , que es un tubo extendido a través del diámetro
15. del reactor 10. Una ranura ahusada 15'''' (véase figura 11), dispersa el gas entrante del conducto 12 sobre el diámetro del reactor 10. Unos canales 15'''' fijados a la cubierta 13'''' recogen líquidos y sólidos para su desviación hacia la pared del reactor 10. Con referen-
20. cia a la figura 2, la cubierta representada en la misma está construída de acuerdo con las figuras 5 y 7 y se extienden al interior del reactor 10 en una distancia de 304,8 mm. La abertura de entrada del conducto 12 es de 304,8 mm y el interior de la cubierta es lige-
25. ramente mayor que la abertura de entrada del conducto 12. La cubierta se dispone aproximadamente a 381 mm por debajo de las toberas pulverizadoras 25 y los canales de la cubierta tienen aproximadamente una profundidad de 25,4 mm. Cuando se usa la cubierta, no se produce
30. la obturación de la abertura de entrada, sin embargo,



5. sin la presencia de dicha cubierta y con un gas de chimenea que contenga aproximadamente 10 granos por 0,028 m<sup>3</sup> de carga de sólidos, se produjo un atascamiento en la abertura de entrada en un espacio de 2 a 4 horas aproximadamente.

10. El reactor 10, aunque ventajosamente mostrado como recipiente único, incluye tres zonas que pueden constituir, si se desea, unidades separadas. Estas zonas son una zona predepuradora 20, una zona de absorción o reacción 30 y una zona desnebulizadora 40 ó de arrastre de humedad.

15. Los gases residuales que entran en el reactor 10 pasan primeramente a través de la zona predepuradora 20, donde son selectivamente separados del gas que contiene SO<sub>2</sub> los componentes sólidos demenzados, por ejemplo ceniza volante, y componentes solubles en agua, por ejemplo SO<sub>3</sub>, hidrocarburos, incluyendo metano, etano, propano, etc., presentes en el gas, siendo a su vez selectivamente separado del gas el SO<sub>2</sub> en la zona 30.

20. Como una mayor parte del SO<sub>3</sub> presente en el gas está ordinariamente adsorbida sobre las superficies de los sólidos de dicho gas, generalmente se separa tras la extracción de las partículas sólidas. Los sólidos, por ejemplo, el polvo, presentes en los gases, son generalmente materiales sin reaccionar, por ejemplo ceniza volante producida por la planta química, o componentes no combustibles del material combustible.

30. La constitución química de la ceniza volante varía naturalmente con el particular combustible que se esté quemando, pero ordinariamente está compues-



ta en gran medida de sílice, alúmina y hierro, con la frecuente presencia en menores proporciones de otros óxidos metálicos, tales como óxidos de manganeso y vanadio. Otros sólidos particulados y suspendidos que pueden encontrarse presentes en los gases residuales, incluyen, por ejemplo, esferas de carbón huecas y particuladas que se encuentran particularmente en los gases residuales de quemadores de petróleo y que, al igual que la ceniza volante, contienen notables cantidades de  $SO_3$  adsorbido. El tamaño de partícula de los sólidos suspendidos presentes en los gases residuales puede estar comprendido entre 0,5 y 50 micras aproximadamente, pero puede ser mucho mayor; sin embargo, el número predominante de partículas llega hasta unas 10 micras.

Por ejemplo, la ceniza volante de un gas de chimenea producido en una planta de carbón usando un método Turbo de trituración del carbón, de alimentación, presentaba la siguiente distribución de tamaños en el gas de chimenea:

<u>Tamaño en micras</u>	<u>% en peso de ceniza volante total</u>
0-10	86
10-20	5
20-40	4
40-60	5

y la ceniza de un planta de carbón que usaba un método Cyclone de trituración del carbón de alimentación, presentaba la siguiente distribución de tamaños en el gas de chimenea;

30.

	<u>Tamaño en micras</u>	<u>% en peso de ceniza volante total</u>
	0-10	45
	11-20	23
5.	21-45	20
	45-	12



- La carga de sólidos presente en los gases puede variar entre 0,001 y 60 granos por 0,028 m<sup>3</sup> de gas, de gas, por ejemplo, y para gases de chimenea variará generalmente entre 1 y 10 granos por 0,028 m<sup>3</sup> aproximadamente. Si la carga de sólidos del gas es muy elevada, por ejemplo que contenga en general más de 1 grano de sólido por 0,028 m<sup>3</sup> de gas de chimenea de la planta productora de energía eléctrica, por ejemplo de 1 a 10 granos, cuyo gas tiene ordinariamente de 1,2 a 4 granos de sólidos por 0,028 m<sup>3</sup>, y particularmente si contiene partículas grandes, por ejemplo que tengan su dimensión más larga superior a 1,5 mm aproximadamente, puede ser deseable pre-separar el gas, por ejemplo en un precipitador eléctrico o separador Cyclone (véase figura 3), antes de introducir el gas en el conducto 12. Generalmente, puede retirarse mediante pre-separación con un separador Cyclone del 80 al 90% aproximadamente de los sólidos particulados y una mayor cantidad con un precipitador eléctrico que, sin embargo, es más costoso que el separador.

Aunque la interposición de dispositivos tales como precipitadores eléctricos y centrifugadoras, por ejemplo ciclones de funcionamiento en seco, entre la fuente de los gases residuales y la zona de absorción química servirá para retirar preliminarmente con facilidad



el grueso de los contaminantes mayores sólidos, para proporcionar una separación esencialmente completa de estos sólidos antes de establecer contacto entre los gases y la solución absorbente, ha sido necesario hasta ahora emplear un gran número de tales dispositivos en relación en serie o en paralelo. Esto tiene por resultado un alto costo de explotación o una elevada inversión de capital. Una característica particular ventajosa proporcionada por el predepurador consiste en su capacidad de separación sustancial incluso de cantidades mínimas, por ejemplo de 0,001 hasta 1 grano por 0,028 m<sup>3</sup> de gas, de sólidos particulados que no son separados mediante el uso de un separador o precipitador eléctrico y que, a menos que sean separados, afectarían nocivamente al sistema; además, los sólidos son separados eficientemente y con una mínima inversión de capital.

A través del conducto 24 se introduce agua depuradora en la sección inferior del reactor 10 y se descarga hacia arriba en forma de fina pulverización a través de la tobera pulverizadora 25 que tiene un orificio generalmente suficiente para proporcionar 0,378 litros por minuto por cada 56,62 m<sup>3</sup> por minuto de gas y producir pulverización en un arco generalmente de 10 a 125° aproximadamente, por ejemplo de 75°, con gotas de pulverización cuyo tamaño varía en general entre 200 y 800 micras, ventajosamente para separar materiales demenuzados de un tamaño de hasta unas 60 micras. La temperatura del líquido depurador, por ejemplo agua, es generalmente de unos 10 a 48,9°C y



- preferiblemente de 21,1 a 32,2°C aproximadamente. También puede emplearse una serie de toberas como se muestra en la figura 2. Situado generalmente de 101,6 a 457,2 mm, por ejemplo a unas 228,6 mm, por encima
5. de la tobera 25, hay un conjunto de blanco de incidencia dispuesto de manera sustancialmente horizontal y permeable a los flúidos, por ejemplo a los gases o líquidos, que tiene una superficie extensa poco continua. Ventajosamente, consta de columnas o miembros tubulares que forman un soporte 15 para bandejas, en forma de celosía, formado preferiblemente de un metal expandido, por ejemplo acero inoxidable. Sostenido por el soporte 15, se encuentra el material de relleno 22 compuesto de unas tres capas de componentes de relleno no
  10. porosos o irregularmente dispuestos, por ejemplo anillos Raschig, soportes de Intalox o Berl, preferiblemente de composición cerámica, teniendo los componentes individuales una dimensión longitudinal de 6,35 a 88,90 mm aproximadamente, por ejemplo 38,10 mm y
  20. formando una columna de relleno de 38,10 a 139,70 mm de altura aproximadamente, y ventajosamente de 76,2 a 101,6 mm de altura, pesando generalmente de 480 a 1120 g/l y con un 50 a un 90% aproximadamente de espacio libre.
  25. Como se indica en el dibujo, la tobera pulverizadora 25 está situada suficientemente cerca del soporte 15 para proporcionar una pulverización continua de agua a una velocidad superficial suficiente
  30. para vencer el contacto por gravedad y humedecer la su-



- perficie del blanco, siendo generalmente de 0,6 a 6 mm por segundo aproximadamente, por ejemplo de unos 1,5 m por segundo. El agua alcanza, establece contacto y humedece al soporte de la columna y a la capa de material
5. de relleno, retenido sobre aquél, cayendo como grandes gotas para arrastrar sólido particulado y componentes de  $SO_3$ , que son seprados de la corriente gaseosa. La pulverización de agua atrapa a las partículas sólidas mayores, causando su caída de la corriente gaseosa,
  10. mientras disuelve parcialmente el  $SO_3$  soluble en agua, presente en la corriente gaseosa y, al pasar el gas residual a través del material de incidencia, prácticamente la totalidad, por ejemplo un 90% aproximadamente por lo menos, de los restantes sólidos más pequeños y
  15. el  $SO_3$  presente en el gas, chocan contra las áreas humedecidas del material de incidencia y se adhieren al mismo, formando gotas que aumentan de tamaño hasta el punto de vencer la fuerza de gravedad y adherencia a la superficie del material, cayendo y siendo arrastradas del citado material de incidencia por la pulverización de agua. Generalmente, puede separarse del gas más del 95% en peso, por ejemplo más del 99%, de los sólidos particulados. La separación de  $SO_3$  es particularmente deseable, puesto que en este sistema produce
  25. sulfato potásico, que afecta nocivamente a la recuperación del  $SO_2$ , por ejemplo consumiendo sulfito potásico, que de lo contrario sería consumido por  $SO_2$ .

Los gases residuales que entran en la columna a través del conducto 12 avanza hacia arriba a través del soporte 15 y de la empaquetadura 22. El gas es

- 30.

22 APR 1969

- 23 -

- ventajosamente puesto en contacto con el líquido conduciendo ambos concurrentes a un blanco de incidencia permeable a los flúidos, por ejemplo a los gases o líquidos, siendo conducido el gas al citado blanco a
5. una velocidad superficial suficiente, en el momento de contacto con el blanco, para impregnar y pasar a través del mismo en presencia de un líquido que es conducido al citado blanco a una velocidad superficial suficiente, en el momento de contacto con el mismo, para
  10. humedecerlo e insuficiente para impregnarlo en proporciones sustanciales. En general, la velocidad del gas hacia el blanco se suficiente para que una proporción predominante, por ejemplo un 60% en volumen por lo menos, y preferiblemente del 90 al 100% en volumen, impregne
  15. al blanco y pase a través de él. Generalmente, la velocidad superficial del gas en el momento de contacto con el blanco variará entre 0,6 y 4,5 metros por segundo y preferiblemente entre 2,1 y 3,6 metros por segundo aproximadamente , por ejemplo a 3 metros por segundo.
  20. gundo.

La velocidad superficial del líquido en el momento de contacto con el blanco es generalmente de 0,6 a 4,5 m por segundo y preferiblemente de 1,5 a 3 m por segundo, por ejemplo de 2,4 m por segundo. La cantidad

25. de líquido empleada es suficiente para efectuar la transferencia de componentes sólidos particulados o solubles en líquido, presentes en el gas, al líquido, tras el contacto con el blanco, lo cual dependerá de la cantidad
30. de componentes sólidos desmenuzados o solubles en líquido presentes en el gas, variando generalmente la cantidad



- de 0,0378 a 3,78 litros por minuto, por ejemplo de 1,51 a 1,89 litros por minuto, por cada  $56,62 \text{ m}^3$  por minuto de gas que contiene de 0,5 a 30 granos por  $0,028 \text{ m}^3$  de componentes sólidos particulados, y suficiente para
5. disolver a los componentes solubles en líquido presentes en el gas. El descenso de presión del gas a través de la empaquetadura 22 variará generalmente entre 6,35 y 12,7, por ejemplo 10,16 mm de agua, a  $56,62 \text{ m}^3$  por minuto de gas. Además, se evitan unas sustanciales retenciones intersticiales de líquido en el relleno.
- 10.

- El líquido empleado en la presente invención puede ser cualquiera adecuado que sea químicamente inerte al blanco de incidencia y que no afecte nocivamente a la transferencia de masa, particularmente cuando
15. está transferencia de los componentes no sólidos se halla implicada; el líquido será ventajosamente uno que disuelve también selectivamente y separe a los componentes no sólidos. Por ejemplo, puede emplearse agua para separar selectiva y simultáneamente sólidos particulados y  $\text{SO}_3$  de una corriente gaseosa. Los sólidos suspendidos presentes en los gases inciden sobre la superficie húmeda presentada por el soporte 15 y la capa de material de relleno 22 y son refrenados por tales superficies. Dichos sólidos son arrastrados del relleno
20. y del soporte mediante el agua depuradora consumida descendente, que ha sido detenida y devuelta por el conjunto del citado blanco. El agua depuradora consumida, que contiene sólidos separados y trióxido de azufre absorbido, fluye por la fuerza de la gravedad hacia los
25. lados en forma de embudo del fondo colector 17 de la
- 30.



- columna 10, saliendo por el conducto 26 de descarga de dicha agua. Un importante aspecto es la colocación de una superficie, tal como el fondo colector 17, en relación de recepción de gotas con el blanco de incidencia para recibir las gotas que caen de dicho blanco y retirarlas de la zona 20 antes de que pueda producirse una evaporación sustancial de las mismas, evitando así sustancialmente el retorno del sólido particulado, por ejemplo ceniza volante, o de componentes solubles en líquido, por ejemplo  $SO_3$ , al blanco, por efecto de los gases entrantes. Con referencia a la figura 2, la distancia entre los puntos a-a en esta ilustración es de 1,8 m y la superficie 17 se proyecta hacia abajo con un ángulo de  $60^\circ$  con la salida 26. Los sólidos suspendidos y el trióxido de azufre son separados así de los gases residuales antes de que éstos entren en contacto con la solución absorbente química. Si se desea, el agua depuradora consumida, que puede tener con frecuencia un pH de 2 a 4 aproximadamente, según sea la cantidad de trióxido de azufre presente en los gases residuales, puede tratarse para la separación y recuperación de los sólidos, por ejemplo ceniza volante, y del ácido sulfúrico. Una característica altamente ventajosa de esta disposición predepuradora es la de que pueden usarse escasos volúmenes de agua para humedecer el blanco de incidencia, característica particularmente interesante, puesto que la cantidad de agua contenida en el presente sistema puede afectar a la eficiencia total del procedimiento. En consecuencia, es deseable usar
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



- solamente una cantidad de agua suficiente para establecer contacto, humedecer y caer desde la superficie del blanco de incidencia y recoger los materiales sólidos desmenuzados y el  $\text{SO}_3$ . Generalmente,
5. se usa menos de 0,378 litros por minuto de agua y preferiblemente de 0,0378 a 0,2646 litros por minuto, por ejemplo 0,1890 litros por minuto, por cada  $56,62 \text{ m}^3$  por minuto de gas. La ventaja de usar menos de 0,378 litros por minuto aproximadamente se ilustra en la siguiente tabla I. Usando esta disposición predepuradora,
10. es posible controlar cualquier incremento de humedad de los gases pasados a través del predepurador 20, generalmente a no más del 8 al 10%, y preferiblemente no más del 2%, siendo la caída de temperatura a través del predepurador generalmente inferior a  $33,4^\circ\text{C}$
15. aproximadamente y preferiblemente inferior a unos  $27,8^\circ\text{C}$ .

- El uso del aparato depurador aquí descrito e ilustrado en los dibujos, particularmente en la
20. figura 2, proporciona, según ha podido observarse, además de una caída de temperatura extremadamente pequeña y un mínimo incremento en la humedad relativa del gas a través de la zona depuradora, un conjunto que se halla sorprendentemente libre de dificultades de obturación, en contraste con un conjunto predepurador que emplea una descarga continua y superior
25. de pulverización de agua, que tuvo por resultado un notable descenso de temperatura, por ejemplo de unos  $55,6^\circ\text{C}$ , y un notable incremento de humedad relativa,
30. por ejemplo del 10% aproximadamente, y que además



- quedó obturado en un corto espacio de tiempo, por ejemplo 2 horas, con sólidos separados de la corriente gaseosa. La colocación de las toberas pulverizadoras en el lado inferior del blanco permite un prolongado tiempo de operación, por ejemplo de hasta unas 16 horas, sin que se presenten tales problemas de obturación. Sin embargo, si se desea, puede disponerse también en el aparato depurador de la presente invención un segundo conjunto pulverizador 27 situado por encima del blanco, que puede activarse periódicamente mediante el dispositivo accionador 29, un control de descenso de presión, por ejemplo cada 8 a 16 horas durante un período de 1 a 3 minutos, aproximadamente, para dirigir una pulverización descendente sobre el blanco e irrigar así el material de relleno, permitiendo una operación continua.
- 5.
  - 10.
  - 15.

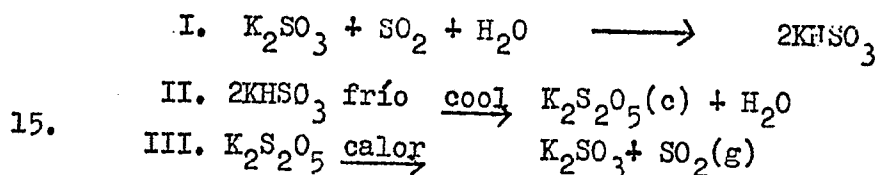
- El absorvedor o zona de reacción 30, como se muestra, está ventajosamente diseñado para un íntimo contacto de las corrientes gaseosa y líquida que fluyen a contracorriente, aunque puede diseñarse para un flujo concurrente, si se desea. Como se muestra, la sección absorvedora se ilustra con dos bandejas perforadas dispuestos de manera sustancialmente horizontal, por ejemplo, que pueden ser de tipo convencional. También pueden usarse bandejas con cúpulas de burbujeo. Los gases son pasados a través del reactor 10 a una velocidad superficial suficiente para mantener líquido sobre las bandejas de contacto de aquél, pero no tan elevada como para lanzar líquido fuera del reactor. Unas típicas velocidades superficiales medias de los
- 20.
  - 25.
  - 30.



- gases a través de la sección absorbadora 30 del reactor 10, son generalmente por lo menos de 0,45 m, por segundo y ventajosamente de 0,6 a 2,55 m por segundo aproximadamente. La solución de sulfito potásico se
5. introduce en el reactor 10 a través del conducto 16, generalmente a un ritmo de 0,378 ó 0,756 a 75,6 litros por minuto aproximadamente, y preferiblemente de 7,56 a 3028 litros por minuto, por cada 56,62 m<sup>3</sup> por minuto de gas, retirándose la solución de bisulfito potásico a través del conducto 18. El sulfito potásico,
  10. generalmente del 40 al 60% en peso, por ejemplo el 50% de la solución total a introducir, se lleva desde el conducto 16, a través de los conductos 16'' y 44' del desnebulizador 40, que se describe mas adelante, para caer sobre la superficie de la bandeja 32 y fluir desde ésta sobre la bandeja 34. Si se desea, puede
  15. añadirse más solución a través del conducto 16. El sulfito potásico reacciona con el dióxido de azufre presente en los gases que pasan a través de las bandejas perforadas para producir una solución acuosa de bisulfito potásico que pasa desde la bandeja 34 al recipiente de captación formado por el deflector 36 proyectado hacia abajo (veáse figura 1), desde el cual se retira a través del conducto 18. El contenido en
  20. dióxido de azufre del gas es sustancialmente reducido, por ejemplo, amenos de 0,02% moles aproximadamente, en un gas de chimenea que contiene más de 0,2% moles. El bisulfito potásico es separado, por ejemplo
  25. cristalizado, pudiendo recuperarse en forma cristalina como
  - 30.



pirosulfito potásico, que es subsiguientemente descom-  
puesto para producir sulfito potásico y dióxido de azu-  
fre. El bisulfito potásico es transformado en pirosul-  
fido potásico durante la cristalización. El dióxido  
5. de azufre es retirado, pudiéndose enfriar y comprimir  
para proporcionar un producto líquido, o bien enviar-  
se como gas a una planta de producción de ácido sulfú-  
rico o enviarse a un horno de reducción para su conver-  
sión en azufre elemental. El sulfito potásico puede re-  
10. ciclarse a la zona de reacción, en la que se absorbe  
el dióxido de azufre adicional. Las reacciones utiliza-  
das incluyen :



Para que progrese la reacción I, la tempe-  
ratura de la solución en la zona de absorción o reac-  
ción 30 deberá mantenerse por encima de la temperatu-  
ra a que es absorbido el dióxido de azufre mediante  
reacción con la solución acuosa de sulfito potásico,  
20. y por debajo de la temperatura a que se descompone  
el bisulfito potásico o progresa la reacción III, por  
ejemplo por debajo de unos  $110^{\circ}C$ . En general, cuanto  
25. más fría sea la solución de sulfito potásico, con más  
facilidad será absorbido el dióxido de azufre por la  
solución y con mayor facilidad reaccionará con sulfito  
potásico. Sin embargo, con gases de chimenea o de hor-  
no, la temperatura de la solución será generalmente  
30. superior a unos  $32,2$  ó  $37,8^{\circ}C$ , aunque son adecuadas



- unas temperaturas ambientes, Preferiblemente, la temperatura se mantendrá por debajo de unos 87,8°C por ejemplo a 48,9 - 82,2°C ó 85°C aproximadamente, puesto que por encima de estos niveles de temperatura la reacción I empieza a refrenarse hasta un punto en que el dióxido de azufre no es ya fácilmente absorbido en solución porque la presión parcial del dióxido de azufre resulta demasiado elevada. Como el gas de chimenea rectificado es finalmente descargado en una chimenea, después de su tratamiento en la zona desnebulizadora 40, es deseable mantener la temperatura de los gases rectificados a un nivel suficientemente elevado para mantener su flotabilidad, de manera que se eleven en la chimenea, por ejemplo por encima de unos 85°C aproximadamente. A temperaturas inferiores, por ejemplo de 57,2°C, puede usarse un ventilador para expulsar el gas. Generalmente, la temperatura del gas procedente de la zona absorbente 30 que pasa a la zona desnebulizadora 40 varía entre 48,9 y 82,2°C, siendo por ejemplo de 57,2°C. La temperatura del gas rectificado presente en el conducto 14, fuera del desnebulizador, varía generalmente entre 43,3 y 76,7°C aproximadamente, siendo por ejemplo de 54,4°C, pero si se desea puede incrementarse mediante la introducción de un gas de horno caliente a través del conducto 14. Generalmente, el gas que sale del desnebulizador tiene una saturación en agua del 85 al 100% aproximadamente.
- La solución de sulfito potásico es también ventajosamente pulverizada contra el lado inferior



- de las bandejas 32 y 34 mediante los elementos pulverizadores 38. Estos elementos están situados generalmente a unas 101,6 a 457,2 mm , por ejemplo a 228,6 mm, de sus respectivas bandejas. La velocidad del líquido es suficiente para vencer la gravedad. Al formarse la solución de bisulfito potásico en las bandejas, se separa agua de la solución por los gases de chimenea calientes, cuyo agua tiende a sobresaturar la solución y a cristalizar pirosulfito potásico, con obturación de las bandejas. La solución de sulfito potásico del conducto 16 es pasada a los elementos pulverizadores a través del conducto 16". Las pulverizaciones son dirigidas contra el fondo de las bandejas, donde los gases de chimenea calientes establecen primeramente contacto con tales bandejas. puesto que en este punto se produce una máxima evaporación de agua y por consiguiente una máxima cristalización. Se pulveriza una cantidad suficiente de solución hacia arriba contra la superficie inferior o de contacto de las bandejas, para mantener a los sólidos disueltos en la solución contenida en tales bandejas, particularmente en la superficie donde los gases de chimenea inciden, permitiendo así ventajosamente una operación continua del proceso. Es deseable mantener la cantidad de solución pasada a los elementos pulverizadores tan baja como sea posible, siendo generalmente la cantidad de solución inferior a 0,378 ó 1,514 litros por minuto, por cada 56,62 m<sup>3</sup> de gas por minuto. Cuanto más elevada sea la temperatura de los gases residuales, mayor será el ritmo requerido de alimenta-
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



ción de solución a los elementos pulverizadores 38. Por ejemplo, con gases que entren en el reactor 10 a  $149^{\circ}\text{C}$ , resultará adecuado de 0,378 a 0,757 litros por minuto, por cada  $56,62 \text{ m}^3$  por minuto de gas.

5. La solución de sulfito potásico es pasada a través de la sección absorvedora 30 en una cantidad suficiente para reaccionar con el dióxido de azufre presente en el gas de chimenea, es decir absorber el dióxido de azufre presente en la solución y producir
10. bisulfito potásico. Generalmente, estas cantidades son estequiométricas y ventajosamente puede emplearse una solución que contenga aproximadamente un 25% en peso de  $\text{SO}_3\text{K}_2$  y un 25% en peso de  $\text{SO}_3\text{HK}$ .

15. La solución de sulfito potásico introducida en la zona de reacción es preferiblemente una corriente de recicló y generalmente contiene del 30 ó 40 al 75%, y preferiblemente del 40 ó 50 al 65% en peso, de sólidos, de los cuales generalmente un 50% por lo menos, y deseablemente más del 75% aproximadamente, será de
20. sulfito potásico y el resto esencialmente bisulfito potásico, posiblemente con algún sulfato. Esta corriente de recicló es preferiblemente una solución saturada de sulfito potásico. La solución de sulfito potásico puede contener una cantidad suficiente de un inhibidor
25. de oxidación, por ejemplo hidroquinona, en una proporción del 0,001 al 0,1% aproximadamente, para inhibir la oxidación del ión sulfito. La temperatura de esta corriente es controlada para evitar una alteración de los requisitos del reactor 10. La temperatura de la corriente
30. de recicló es típicamente de  $32,2$  a  $71,1^{\circ}\text{C}$  aproxima-



- damente. En general, se pone en contacto una cantidad suficiente de solución de sulfito potásico con el gas residual en el reactor 10 para separar la mayor cantidad posible de dióxido de azufre, deseablemente por encima del 90 al 95%, y el tiempo de residencia de la solución en el reactor, etc., se ajustan en consecuencia, La velocidad de flujo de la solución en la zona absorbadora 30 se mantiene normalmente con la suficiente rapidez y el tiempo de residencia de la solución en la citada zona se mantiene lo suficientemente corto para que no se produzcan problemas de cristalización dentro de la mencionada zona. Con una velocidad de flujo lenta y un elevado tiempo de residencia, se producirá la absorción de dióxido de azufre; sin embargo, la solución resulta muy concentrada y por consiguiente se incrementa el peligro de depósito de cristales de la solución y obturación de las bandejas perforadas. La velocidad de flujo de la solución dependerá de la temperatura del gas, de la proporción de  $\text{SO}_2$  en el gas, y de la temperatura y concentración de la solución de sulfito potásico; sin embargo, será generalmente del orden de 0,378 a 75,7 litros por minuto aproximadamente, y preferiblemente de unos 7,57 a 22,71 litros por minuto, por cada  $56,62\text{m}^3$  por minuto de gas.
5. Puede alimentarse a través de los elementos 38 aproximadamente del 5 al 25% de la solución. El deflector 36 forma un canal colector o recipiente de captación para la solución de bisulfito potásico. El deflector
  10. 36 puede estar inclinado, formando por ejemplo un ángu
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



- lo de 10 a 45° aproximadamente, o bien puede ser horizontal, de manera que los cristales contenidos en la solución de bisulfito potásico fluyan descendentemente hacia el conducto 18. Sobre el deflector 36 se mantiene una capa relativamente gruesa de solución de algunos mm (por ejemplo, de 203, 2 mm) o de varios centímetros para evitar la formación de cristales en la solución y, preferiblemente, el tiempo de retención en el recipiente de captación es breve, por ejemplo generalmente de 5 a 10 minutos aproximadamente.

- El producto de la zona de reacción es preferiblemente una solución saturada de bisulfito potásico y, en consecuencia, la concentración de la solución se mantiene deseablemente por debajo de su saturación justamente, mediante la adición de suficiente agua para evitar la precipitación de bisulfito potásico. Como se indica anteriormente, esto ocurriría como cristalización de pirosulfito potásico.

- La solución resultante de una reacción de una solución acuosa de sulfito potásico y un gas de chimenea, contiene inherentemente muchos ingredientes, siendo lo que sigue un ejemplo de ello:

25.	Gama de porcentajes en peso	
	Generalmente	Ordinariamente
Sulfato potásico	0 á 8	1 á 6
Bisulfito potásico	5 a 40	10 á 30
Sulfito potásico	10 a 50	20 á 45
30. Agua	Resto	Resto



- El dióxido de azufre se encuentra presente en forma químicamente combinada, en la solución, por ejemplo como bisulfito potásico, que puede considerarse como un precursor del dióxido de azufre, hallándose presente o en contacto con materiales disminuidores de presión parcial de  $SO_2$ , por ejemplo sales metálicas, como sales metálicas alcalinas, las sales potásicas, tales como sulfito potásico sin reaccionar y sulfato potásico, producido por reacción entre trióxido de azufre y sulfito potásico. La pureza del bisulfito potásico en contacto con los materiales disminuidores de presión parcial de  $SO_2$  es generalmente inferior al 60% en peso aproximadamente, en seco.
- 5.
- 10.

- La proporción de sólidos en la solución variará según la temperatura, pero generalmente se mantenga suficientemente elevada para una eficiente recuperación de dióxido de azufre. Generalmente habrá entre el 40 ó 45 y el 75% en peso, y preferiblemente entre el 45 ó 50 y el 55 ó 65% en peso, de sólidos en la solución.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- En general, del 5 al 50 ó 60% en peso aproximadamente, y preferiblemente del 10 al 35 ó 50% en peso, es bisulfito potásico y generalmente del 40 ó 50 al 95% en peso, y ordinariamente del 50 ó 65 al 90% en peso, es sulfito potásico. Por ejemplo, a  $25^{\circ}C$ , una solución acuosa saturada de piro-sulfito potásico y sulfito potásico contendrá aproximadamente un 5% de piro-sulfito potásico y un 47% de sulfito potásico; a  $40^{\circ}C$  aproximadamente, esta solución



contendrá aproximadamente un 7% de piro sulfito y un 48% de sulfito; y a unos 65°C, la solución contiene aproximadamente un 12% de piro sulfito y un 48% de sulfito.

5. Los gases de chimenea rectificadas presentes en el reactor 10 pasan desde la zona de reacción de absorción 30 a la zona desnebulizadora o de arrastre de humedad 40, que incluye un área de contacto de malla tejida. La caída de presión del gas a través
10. de la zona 30 oscilará generalmente entre 38,10 y 114,3 mm aproximadamente, por ejemplo 63,5 mm de agua a 56,62 m<sup>3</sup> por minuto de gas. La malla tejida 42 es un material químicamente inerte a los componentes del sistema, por ejemplo acero inoxidable 304, y de estructura y aspecto similares a los de la lana de acero; en
15. la figura 2 se muestra retenida sobre un soporte de columna 43. La solución de sulfito potásico del conducto 16 pasa a través del conducto 16'' y por los conductos 44' y 46' a las toberas 44 y 46, respectivamente,
20. situadas en general entre 101,6 y 457,2 mm por ejemplo 228,6 mm, de la malla 42, que pulverizan continuamente la solución sobre la citada malla desde lados opuestos del conjunto, concretamente desde la parte superior (el lado emisor de fluido) y desde
25. el fondo (el lado receptor de fluido), para evitar ventajosamente problemas de obturación y mantener una operación continua. La zona desnebulizadora 40 sirve para separar gotas de soluciones de los gases que salen del reactor 10, limitando así pérdidas químicas.
30. La gota puede ser en forma líquida o sólida



- del producto de reacción, en general suficientemente pequeña, por ejemplo de 1 a 10 micras aproximadamente, para que pueda ser sustentada a la velocidad del flujo gaseoso ascendente, normalmente entre 0,6 y 2,1 m por segundo aproximadamente. Se observó, sorprendentemente, que cuando el material de contacto a que se ha hecho referencia era de estructura análoga a la de una malla tejida, podría emplearse ventajosamente pequeñas cantidades de solución. Sin embargo, puede emplearse un material que proporcione un elevado grado de superficie de contacto y una superficie de contacto altamente irrigable, por ejemplo anillos Raschig, pero requiere mayores proporciones, por ejemplo unos 56,70 litros por minuto, de solución. El espesor de la zona desnebulizadora 40, por ejemplo de 25,4 a 101,6 mm aproximadamente, es suficiente para separar gotas de los gases salientes, pero no tan grande que cree una gran caída de presión y el flujo gaseoso a través de la zona desnebulizadora 40 sea inferior al punto en que las gotas del área de contacto serían arrastradas de nuevo. La máxima caída de presión deseable es generalmente del orden de 6,35 a 12,7 mm de agua aproximadamente y, típicamente, son adecuadas unas velocidades gaseosas de 0,6 a 1,8 m por segundo aproximadamente.
5. En general, se añade solución a la zona desnebulizadora en una proporción suficiente para evitar obturación del desnebulizador, e insuficiente para su arrastre en los gases salientes. Esta reacción del desnebulizador es altamente eficiente y sólo requiere el uso de pequeñas proporciones de solución. Por ejemplo, es gene-
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



- ralmente adecuado de 7,57 a 18,92 ó 22,71 y preferiblemente de 11,35 a 13,33 ó 15,14 litros por minuto aproximadamente de solución por cada 56,62 m<sup>3</sup> por minuto de flujo gaseoso, dividiéndose preferiblemente
5. por igual entre las toberas 44 y 46. La proporción de solución usada disminuirá al disminuir la concentración de la misma, siendo deseable mantener el flujo tan bajo como sea posible. La zona desnebulizadora 40 funciona también separando los últimos vestigios
  10. de dióxido de azufre contenidos en los gases salientes. Por ejemplo, el desnebulizador separa normalmente del 1 al 2% moles adicional del dióxido de azufre total presente en los gases residuales entrantes.

- En este sistema, se separan suficientes
15. cantidades de los materiales disminuidores de presión parcial del SO<sub>2</sub> del bisulfito potásico para incrementar la presión parcial del dióxido de azufre en el bisulfito potásico. La separación de los materiales disminuidores de presión parcial del SO<sub>2</sub> puede
  20. efectuarse por cualquier procedimiento adecuado, por ejemplo extrayendo selectivamente el bisulfito potásico de la solución o extrayendo de la solución cualquiera de los materiales disminuidores de presión parcial del SO<sub>2</sub>. La separación se efectúa preferiblemente
  25. cristalizando el bisulfito potásico (que se transforma en piro-sulfito potásico durante la cristalización) de la solución para su ulterior tratamiento de acuerdo con el sistema expuesto más adelante.

- La separación de dióxido de azufre de un
30. precursor tal como piro-sulfito potásico, depende de su



- presión parcial bajo determinadas condiciones, por ejemplo cuando se encuentra en asociación con o sin otros materiales, incluyendo sales como sulfato potásico y sulfito potásico, que se encuentran generalmente presentes en la resultante solución producida por reacción del gas de chimenea que contiene dióxido de azufre con la solución acuosa de sulfito potásico. La presión parcial del dióxido de azufre en su precursor, en presencia de otros materiales, por ejemplo sales potásicas, en la solución producto de reacción a su punto de ebullición en condiciones standard de presión, es tan baja (por ejemplo, para la solución típica descrita en el siguiente ejemplo es de 1,5 mm de mercurio aproximadamente), que no puede ser liberado de manera económicamente factible. En agudo contraste con esto, su presión parcial, cuando el piro-sulfito potásico se encuentra en forma relativamente pura, por ejemplo una pureza superior al 98% en peso aproximadamente, en seco, es relativamente elevada, por ejemplo de 300 mm de mercurio aproximadamente. La pureza del piro-sulfito potásico se incrementa de acuerdo con la presente invención generalmente a más del 65% en peso, y preferiblemente más del 90 al 95% en peso aproximadamente. La siguiente tabla expone la presión parcial del dióxido de azufre en piro-sulfito potásico para la pureza indicada.

T A B L A

	<u>Pureza de <math>K_2S_2O_5</math>, % en peso (en seco)</u>	<u>Presión parcial de <math>SO_2</math>, mm de Hg)</u>
30.	65	5,0
	70	6,1

22 ABR. 1969



T A B L A (Continuación)

	Pureza de $K_2S_2O_5$ , % en peso (en seco)	Presión parcial de $SO_2$ , mm de Hg
	75	8,5
5,	80	13 ,3
	85	21,0
	90	33,5
	95	75,0
	98	300,0

10. El bisulfito potásico puede separarse ventajosamente o recuperarse en forma de piro sulfito potásico mediante cristalización de los materiales disminuidores de presión parcial de  $SO_2$  presentes en la solución. La cristalización del piro sulfito potásico puede efectuarse usando adecuados procedimientos
15. de cristalización, por ejemplo sobresaturando la solución por calentamiento en vacío o, ventajosamente, enfriando la solución acuosa de bisulfito potásico a una temperatura a la que cristalice una sustancial porción del piro sulfito, por ejemplo inferior a  $37,8$  ó  $43,3^{\circ}C$
20. siendo impuesto el límite inferior por motivos de economía. Por ejemplo, cuando se enfría a  $40^{\circ}C$  una solución saturada de bisulfito potásico que se encuentra a  $65^{\circ}C$ , cristaliza aproximadamente un 40% del piro sulfito, en tanto que cuando la solución se enfría a  $25^{\circ}C$
25. cristaliza aproximadamente un 70% del piro sulfito. Como el sulfito potásico es más soluble que el bisulfito potásico, pueden obtenerse cristales de piro sulfito sustancialmente puros, por ejemplo de una pureza superior al 95% en peso aproximadamente.
30. Los cristales de piro sulfito potásico pueden



- separarse, por ejemplo, mediante técnicas de separación tales como centrifugación o filtración, y calentarse a la temperatura de descomposición de los mismos y bajo condiciones de presión ambiente, siendo estas temperaturas generalmente superiores a  $37,8^{\circ}\text{C}$
5. aproximadamente, y suficientes para descomponer al piro-sulfito potásico, por ejemplo superiores a unos  $110^{\circ}\text{C}$  y hasta de unos  $316^{\circ}\text{C}$ , pero preferiblemente serán inferiores a las temperaturas a las que se forman cantidades sustanciales de sulfato potásico, por ejemplo de  $204^{\circ}\text{C}$ , y preferiblemente superiores a unos  $149^{\circ}\text{C}$  bajo condiciones esencialmente anhidras, para liberar dióxido de azufre y convertir el piro-sulfito potásico en sulfito potásico, que es adecuado para su reutilización.
  10. Este método de descomposición elimina la necesidad de vaporizar grandes cantidades de agua para separar dióxido de azufre cuando se desean condiciones anhidras. El sulfito potásico caliente producido tras la descomposición de los cristales, se combina con
  15. el filtrado que resulta de la separación del piro-sulfito y se recicla a la zona de reacción.

- Con referencia de nuevo a las figuras 1 y 2, la solución de bisulfito potásico es retirada del reactor 10 a través del conducto 18 hacia el tanque
25. de compensación 48, desde el que se bombea (por ejemplo, con un tiempo general de residencia de sólo unos 5 a 20 minutos en el tanque de compensación) expeditivamente para evitar un sustancial enfriamiento y cristalización, con obturación dentro del tanque. Se
  30. bombea a través del conducto 52 mediante la bomba 54



a la zona 50 de cristalización y enfriamiento instantáneo. El conducto 18 tiene un conducto 18' interruptor de vacío asociado al mismo. La solución bombeada a través del conducto 52 puede pasarse, si se desea, a través de un filtro 56 para separar sólidos de la solución.

- La zona de enfriamiento instantáneo y cristalización incluye una cámara de vaporización rápida 58 en la que la solución puede enfriarse ventajosamente por vaporización de agua de la solución, y un tanque de cristalización 60. La cámara de vaporización rápida 58 se mantiene bajo vacío, generalmente de 0,035 a 0,28 Kg/cm<sup>2</sup> absolutos y ordinariamente de 0,056 a 0,105 Kg/cm<sup>2</sup> absoluto, mediante eyectores de vapor de agua 62 y 64. Tales eyectores pueden crear un vacío de 0,035 Kg/cm<sup>2</sup> absolutos, aproximadamente. Como se muestra, los eyectores de vapor de agua 62 y 64 crean un vacío en la cámara 58 a través del conducto 66. La presión en la cámara 58 se controla mediante la adición de aire a través del conducto 68 para controlar la temperatura de la solución. El control de la presión controla a su vez el punto de ebullición y la caída de temperatura y por consiguiente la temperatura de la solución en la cámara de vaporización rápida y la cantidad de agua vaporizada de la solución. El cambiador de calor 70 situado en el conducto 66, condensa el agua evaporada de la solución en la cámara 58. El condensado pasa a través del conducto 72 para su uso en la disolución de los cristales de piro sulfito potásico. El vapor de agua de los eyectores 62 y 64 se condensa también



y es pasado a través de los conductos 74 y 76 para su ulterior uso en el sistema.

- La solución presente en la cámara 58 es normalmente enfriada a una temperatura suficiente para
5. cristalizar, es decir separar de la solución una suficiente cantidad de piro sulfito potásico para compensar el dióxido de azufre absorbido de la corriente gaseosa en el conducto 12 y mantener así un adecuado equilibrio de sólidos en la solución para su recirculación.
  10. El bisulfito potásico cristaliza como piro sulfito potásico. La cantidad de cristales de piro sulfito potásico separados depende de la conversión de sulfito potásico en bisulfito en el destilador y generalmente se separan de 3 a 15 Kg. aproximadamente de cristales de piro sulfito potásico por cada Kg de dióxido de azufre absorbida de los gases residuales. Por ejemplo, si la conversión de sulfito en bisulfito en la solución acuosa pasada a través del reactor 10 es del 50% aproximadamente, se separarán unas 7 Kg de cristales a fin de proporcionar una solución particularmente adecuada para su reutilización en la sección absorbidora, en tanto que a una conversión del 20% esta cantidad aumentará a unas 15 Kg de cristales por Kg de dióxido de azufre, y a una conversión teórica del 100%, la cantidad será
  25. de 3 a 3,5 Kg aproximadamente, por libra de dióxido de azufre. La caída de temperatura en la cámara 58 se determina mediante control de la temperatura de entrada de la solución, la presión dentro de la cámara 58, el tiempo de permanencia de la solución en dicha
  30. cámara 58 (por ejemplo, generalmente de unos 15 minutos

22 ABR. 1969



- 44 -

- a 2 horas), la relación de reciclo, etc. Como las temperaturas de la solución de entrada son generalmente del orden de 26,7 a 93,3°C aproximadamente, y ordinariamente de 54,4 a 71,1°C para el tratamiento de gas
5. del tipo de planta productora de energía eléctrica, y ordinariamente de 26,7 a 43,3°C aproximadamente para el tratamiento de gas del tipo de planta productora de ácido sulfúrico, y como la solución hervirá a unos 40°C a 0,07 Kg/cm<sup>2</sup> absolutos y a unos 29,4°C a 0,035 Kg/cm<sup>2</sup> ab
  10. solutos, se requieren ordinariamente unas caídas de temperatura generalmente de 55,6 a 38,9°C ó 50°C y preferiblemente de 16,7 a 27,8 ó 38,9°C, para cristalizar la deseada cantidad de piro sulfito potásico. La cantidad de agua separada en el refrigerador rápido del sistema
  15. se usa ventajosamente para mantener en equilibrio al agua en dicho sistema, mediante correlación de la cantidad de agua separada en el refrigerador rápido con la cantidad de agua separada por la corriente gaseosa en el reactor. Aunque puede separarse fácilmente agua en
  20. el refrigerador rápido, ello requiere el uso de energía, en tanto que si se separa en el reactor, la energía usada será solamente la que normalmente se halla presente. Así, una característica particularmente interesante proporcionada por el predepurador 20 consiste en efectuar
  25. el predepurado con líquido, por ejemplo agua, al mismo tiempo que se evita una notable caída en la temperatura del gas y un notable incremento en la humedad relativa del mismo, permitiendo así que el gas presente en la zona absorbadora se encuentre a temperatura y humedad
  30. relativa óptimas para evaporar agua del sistema de manera



- económica y eficiente. En el caso en que se emplee una corriente gaseosa que tenga una baja temperatura y una humedad relativa elevada y posea una limitada capacidad de absorción de agua, se proporciona una gran flexibilidad al sistema, en el sentido de que puede separarse el exceso de agua por el refrigerador rápido.
- 5.

- La eficiencia de este refrigerador en cuanto a separar agua proporciona también un ventajoso control de las condiciones de filtración. El sistema de filtración empleado puede consistir en un simple filtro giratorio, pudiéndose obtener con facilidad un ventajoso control sobre la temperatura y tiempo de permanencia de la solución, para controlar el tamaño de los cristales y acentuar la filtrabilidad con incrementados ritmos de filtración, así como proporcionar cristales de mayor pureza, por ejemplo del 99%. También desupersaturación sin nucleación, evitando sustancialmente problemas de obturación, que caracterizarían el uso de un cambiador de calor bajo las condiciones de tratamiento en el presente sistema.
- 10.
- 15.
- 20.

- La solución o suspensión enfriada se pasa desde la cámara de vaporización rápida 58 al tanque de cristalización 60 a través del conducto 78. El tiempo de permanencia de la solución dentro del tanque de cristalización 60 es suficiente para producir un adecuado tamaño en el cristal, para su filtración, por ejemplo cristales superiores a 300 mallas y hasta de unas 10 mallas. Generalmente, un tiempo de permanencia de 5 minutos a 2 horas o más, aproximadamente, y preferiblemente de 10 a 45 minutos, es adecuado para la produc-
- 25.
- 30.



- ción de cristales del tamaño deseado. Pueden obtenerse cristales en los que un 80% aproximadamente sean de 10 a 60 mallas, usando un tiempo de retención de 45 minutos. Otro importante factor en la producción de cristales de este tamaño deseado, es el control del pH de la solución, por ejemplo entre 6,6 y 7,4 aproximadamente. El pH puede controlarse ajustando la gravedad específica de la solución de reacción conducida fuera del reactor, usando por ejemplo un dispositivo de control de densidad 69 en el conducto 71. Se disponen un conducto de reciclo 80 y la bomba 82 para controlar la temperatura y tiempo de permanencia de la solución. El fondo de la cámara de vaporización rápida 58 está inclinado y el conducto 78 se extiende hasta el fondo del tanque 60, para evitar obturación por cristales formados en la cámara 58 y en el tanque 60. Un desnebulizador 84, dispuesto en la sección superior de la cámara de vaporización rápida 58, está construido y funciona de manera similar al desnebulizador 40 para separar gotas arrastradas en el gas que pasa a través del conducto 66.
5. cristales de este tamaño deseado, es el control del pH de la solución, por ejemplo entre 6,6 y 7,4 aproximadamente. El pH puede controlarse ajustando la gravedad específica de la solución de reacción conducida fuera del reactor, usando por ejemplo un dispositivo de control de
  10. densidad 69 en el conducto 71. Se disponen un conducto de reciclo 80 y la bomba 82 para controlar la temperatura y tiempo de permanencia de la solución. El fondo de la cámara de vaporización rápida 58 está inclinado y el conducto 78 se extiende hasta el fondo del tanque
  15. 60, para evitar obturación por cristales formados en la cámara 58 y en el tanque 60. Un desnebulizador 84, dispuesto en la sección superior de la cámara de vaporización rápida 58, está construido y funciona de manera similar al desnebulizador 40 para separar gotas arrastradas en el gas que pasa a través del conducto 66.
  - 20.

- La suspensión de cristales de pirosulfito potásico formador en el tanque de cristalización 60 es bombeada por la bomba 86 a través del conducto 88 a un filtro al vacío de tambor giratorio, designado en su conjunto por 90. El filtro de tambor incluye un tambor giratorio 92 y un recipiente 94. La suspensión es introducida en el recipiente 94 a través del conducto 88 y pasada, mediante un vacío aplicado en el interior del tambor 92, a través de la superficie filtrante del tambor mediante la bomba de vacío 96. La solución de filtra-
25. conjunto por 90. El filtro de tambor incluye un tambor giratorio 92 y un recipiente 94. La suspensión es introducida en el recipiente 94 a través del conducto 88 y pasada, mediante un vacío aplicado en el interior del tambor 92, a través de la superficie filtrante del tambor
  30. bor mediante la bomba de vacío 96. La solución de filtra-



do retirada del tambor filtrante 92 es pasada a través del conducto 98 al tanque de filtrado 100, donde se acumula y desde el cual es ulteriormente bombeada a través del conducto 102 mediante la bomba 104, al tanque 106 de alimentación del absorbedor.

5.

Los cristales de piro sulfito potásico retenidos en la superficie filtrante del tambor 92 son separados por un raspador o espátula 108 y pasados a un tanque de disolución 110. El ritmo de filtración del filtro se mantiene tan alto como sea posible, al tiempo que se obtiene un filtrado claro o solución que sale del filtro a través del conducto 98. Ordinariamente se obtienen unos ritmos de filtración de 4500 a 20.000, y preferiblemente de 7.500 a 15.000 kg de cristales por hora por m<sup>2</sup> de área superficial del filtro. Cuanto más elevado sea el ritmo de filtración, menor será el área superficial requerida en el filtro. El tamaño del lienzo filtrante usado puede ser importante para mantener un filtrado claro. Por ejemplo, si los cristales se filtran a través del lienzo, disminuirá el pH de la solución del filtrado, por ejemplo a un valor de 6,3 aproximadamente, afectando así adversamente a la corriente de reciclo por disminución de la absorción de SO<sub>2</sub>, como resultado de un incremento del bisulfito. El vacío aplicado al filtro de tambor por la bomba 96 se mantiene de manera que el vacío aplicado en el tambor 92 sea inferior, por ejemplo a presión más elevada, al aplicado en la cámara 58. El uso de una presión inferior en este punto del sistema enfriaría adicionalmente la solución cristalizando adicional piro sulfito potásico dentro del tambor 92, lo que obstruiría el sistema. La

10.

15.

20.

25.

30.



- criba de filtro utilizada en el tambor 92 es preferiblemente un lienzo monofilamentoso, por ejemplo de nylon, químicamente inerte a la suspensión y a la solución, que tiene unas aberturas de 10 a 50 ó 60 micras aproximadamente, y preferiblemente de 20 a 40 micras. Los cristales pueden lavarse ventajosamente mediante el pulverizado 112, usando preferiblemente una corriente lateral de solución al 50% conducida a la columna de destilación, sobre la superficie del filtro para acentuar más aún la purificación de aquéllos. Como se saturaría la solución de bisulfito potásico al 50%, prácticamente no se disuelve ninguno de los cristales y la pureza de los mismos es incrementada mediante lavado por desplazamiento del licor madre. Asimismo, si se desea, puede aplicarse, si se desea, un riego o corriente de retroceso de vapor de agua 114 a la superficie del filtro cerca de la hoja raspadora 108, para limpiar la superficie citada, separando los cristales que no hayan sido separados por la hoja 108.
- Los cristales de piro-sulfito potásico pueden calentarse ventajosamente en presencia de agua para acentuar su descomposición y producir dióxido de azufre a temperaturas relativamente bajas. El agua empleada puede ser agua residual del licor madre contenido por los cristales o bien puede ser agua añadida; puede presentar cualquier forma adecuada, por ejemplo líquido o vapor, y se usa en cantidades suficientes para acentuar la descomposición del piro-sulfito potásico para producir dióxido de azufre. Estas cantidades son por lo menos del 0,01% en peso o aproximadamente, y generalmente del 1 al 99% en peso y ventajosamente del 20 al 75% en peso, basado en el piro-sulfito
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



potásico y en el agua. En proporciones de hasta el 20% en peso de agua, se proporcionan cristales húmedos y en proporciones del 40% en peso aproximadamente, por ejemplo, puede proporcionarse una solución. Sin embargo, cuando se encuentra en solución, el piro sulfito potásico está en la forma de bisulfito.

5.

Los cristales pasados al tanque 110 son disueltos en suficiente agua para facilitar su manejo. Generalmente, se añade suficiente agua para formar por lo menos una suspensión que sea bombeable, por ejemplo que contenga del 60 al 70% de sólidos aproximadamente, aunque si se desea puede añadirse suficiente agua para formar una solución. La relación entre sólidos y agua en el tanque disolvedor 110 se controla ventajosamente por medio de la densidad, usando el controlador de densidad 103.

10.

Generalmente se encuentran presentes del 35 al 55%, y preferiblemente del 40 al 50% aproximadamente, de sólidos en la solución que se retira del disolvedor 110 a través del conducto 116 por la bomba 118. Se suministra agua al disolvedor 110 en forma de condensado del refrigerador 70 a través del conducto 72 y a través de los conductos 74 y 76 desde los eyectores de vapor de agua 62 y 64, respectivamente. Puede añadirse agua fresca a través del conducto 120, si se desea.

15.

20.

25.

El piro sulfito potásico en presencia de agua, o en contacto con ella, se calienta a temperaturas suficientes para producir dióxido de azufre, pudiéndose usar unas temperaturas de 37,8 a 107,2°C y preferiblemente de 65,6 a 107,2°C aproximadamente, bajo condiciones de presión ambiente.

30.



- La descomposición del piro sulfito potásico en contacto con agua puede efectuarse bajo presiones ambientes o presiones superatmosféricas, por ejemplo de 0 a 21  $\text{kg/cm}^2$  absolutos y generalmente de 1,05 a 10,5  $\text{kg/cm}^2$  absolutos, aunque pueden emplearse ventajosamente presiones ambientes. En una modificación de este aspecto de la presente invención, pueden utilizarse presiones superatmosféricas cuando el piro sulfito potásico se encuentra en solución acuosa, para aumentar la concentración de la solución a temperaturas superiores, por ejemplo superiores a  $110^\circ\text{C}$  y hasta de unos  $190,7^\circ\text{C}$ , con un consiguiente incremento en la presión parcial del dióxido de azufre en el piro sulfito potásico y un acentuamiento de la producción de dióxido de azufre. Generalmente, el agua empleada en este aspecto es del 5 al 50 ó 70% en peso. Por ejemplo, si se calientan soluciones de bisulfito potásico bajo una presión de unos 7  $\text{kg/cm}^2$  absolutos con una temperatura de  $177^\circ\text{C}$  aproximadamente, la solubilidad del cristal de piro sulfito será mucho mayor, por ejemplo del 75% en peso aproximadamente, basado en los cristales y en el agua. Esta concentración superior proporciona una presión parcial mucho más alta del dióxido de azufre que a concentraciones inferiores y el porcentaje de conversión de piro sulfito potásico a sulfito potásico es mayor.
5. La utilización de agua para acentuar la descomposición del piro sulfito potásico es preferible al procedimiento anhidro, puesto que evita la conveniencia de usar tales materiales inertes y el gasto de manipular estos materiales, permitiendo además la producción de dióxido de azufre a temperaturas notablemente inferiores y una conver
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



sión superior de piro sulfito potásico (bisulfito) en dióxido de azufre.

5. Como generalmente hay una pequeña cantidad de trióxido de azufre presente en los gases residuales que contienen dióxido de azufre, se forma una pequeña cantidad de sulfato potásico, que es periódicamente retirada. Además, el oxígeno presente en los gases residuales puede reaccionar con el sulfito potásico para producir sulfato potásico adicional, de manera que puede ser deseable añadir un inhibidor de oxidación, por ejemplo materiales orgánicos tales como hidroquinona, etc., a la solución de sulfito potásico. El sulfato potásico cristaliza generalmente con el piro sulfito y puede prepararse redisolviendo periódicamente los cristales de piro sulfito, que son más solubles en agua que el sulfato potásico. Los cristales de piro sulfito redisolultos pueden reciclarse a la zona de reacción después de separarse el sulfato potásico sólido. El sulfato potásico es deseable como constitutivo de fertilizantes. Si se desea, este proceso puede dirigirse hacia la producción de sulfato potásico omitiendo el inhibidor e incrementando la proporción de sulfato potásico producido.
- 10.
- 15.
- 20.

25. La solución de bisulfito potásico del conducto 16 se pasa a la zona de destilación, designada en su conjunto por 125, donde se calienta la solución a una temperatura, por ejemplo de 110 a 149°C, suficiente para la descomposición del bisulfito potásico al objeto de producir dióxido de azufre y una solución de sulfito potásico. La descomposición se efectúa ventajosamente en una operación de destilación de efectos múltiples para incrementar la conver-
- 30.



- sión total de bisulfito potásico en sulfito potásico y reducir la energía, es decir las necesidades de vapor de agua, del sistema. Como se ilustra, la zona de destilación 125 incluye dos columnas de destilación 122 y 122',
5. aunque si se desea pueden usarse tres o más efectos. La solución introducida en la columna 122 a través del conducto 116 se calienta mediante vapor de agua en el rehervidor 138 a una temperatura suficiente para descomponer el bisulfito potásico en la solución, al objeto de producir una corriente gaseosa superior que comprende dióxido de azufre y vapor de agua. Esta corriente superior es retirada a través del conducto 124 y pasada al rehervidor 138' para la segunda columna de destilación 122', al objeto de proporcionar la necesaria energía en la misma para la descomposición de bisulfito potásico adicional. La conversión de bisulfito potásico en sulfito potásico en cualquier particular columna de destilación es limitada, puesto que una vez que la presión parcial del dióxido de azufre en los vapores contenidos en la columna es igual a la presión parcial del dióxido de azufre en la solución, no puede separarse ningún dióxido de azufre adicional de la solución, independientemente de la energía suministrada a la columna. Cuando se usan varias columnas, se produce vapor de agua fresco en cada una de ellas mediante separación de agua de la solución, que puede ser saturada con dióxido de azufre adicional, obteniéndose así una descomposición adicional de bisulfito potásico y una perfeccionada conversión. Además, las necesidades de energía o de vapor de agua del sistema se reducen recuperando energía de los vapores producidos en cada columna
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- de destilación mediante el uso de estos vapores para proporcionar calor destinado a la siguiente columna. Después del rehervidor 138', en el que el vapor de agua del conducto 124 será en gran parte un producto condensado, este producto es pasado a través del conducto 126 al separador 128. El agua condensada se retira del fondo del separador 128 a través del conducto 130 y el dióxido de azufre, como gas producto, a través del conducto 131. La solución de bisulfito potásico parcialmente descompuesta se retira de la columna 122 a través del conducto 134 y se pasa mediante la bomba 136 a la columna 122', donde se descompone adicional bisulfito potásico. Los vapores son retirados de la columna 122' a través del conducto 124 y del cambiador de calor, es decir el condensador refrigerador 126', al tanque 128'. El vapor de agua condensado se retira del tanque separador 128' a través del conducto 130' y el dióxido de azufre, como gas producto, a través del conducto 131'. Los residuos del destilador, que constituyen ahora una solución rica en sulfito potásico, se transportan a través del conducto 134', mediante la bomba 136', al tanque 106 de alimentación del absorbedor. Una porción del residuo del destilador presente en el conducto 134 es pasada a través del rehervidor 138 para mantener una adecuada temperatura, por ejemplo generalmente de 110 a 149°C aproximadamente, dentro de la columna de destilación 122. La solución de sulfito potásico recogida en el tanque 106 de alimentación del absorbedor es bombeada mediante la bomba 140 a través del conducto 142 al conducto 16 de entrada de alimentación para el reactor 10. El agua separada en los conductos 130 y 130' es pasada al disolvedor 110 para
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



22 ABR. 1969

su uso en la disolución de cristales de piro sulfita potásico.

- La columna separadora de primer efecto es generalmente utilizada a una elevada presión y a una temperatura suficiente para descomponer el bisulfito potásico, por ejemplo hasta unos  $14 \text{ kg/cm}^2$  absolutos y a  $316^\circ\text{C}$ , pero preferiblemente a unas temperaturas inferiores a las que se forman sustanciales cantidades de sulfato potásico, por ejemplo a  $204^\circ\text{C}$ , y a unas presiones inferiores, de unos  $10,5 \text{ kg/cm}^2$  absolutos. Típicamente, el separador 122 de primer efecto se utiliza a una temperatura de  $134,78$  a  $177$  ó  $204^\circ\text{C}$  aproximadamente, y a una presión de  $2,8$  a  $5,6 \text{ kg/cm}^2$  absolutos aproximadamente, y preferiblemente de unos  $2,8$  a  $4,2 \text{ kg/cm}^2$  absolutos. Estas condiciones se seleccionan para mantener bajas las necesidades de vapor de agua, es decir la cantidad de vapor de agua requerida para producir la deseada cantidad de dióxido de azufre. En general, es deseable mantener las necesidades de vapor de agua entre 2 y 6, y preferiblemente entre 2 y 4 kg de vapor de agua por kg de dióxido de azufre. Cada uno de los siguientes efectos operará a una presión de unos  $1,4 \text{ kg/cm}^2$  absolutos menos que el efecto precedente y a correspondientes temperaturas de descomposición. Por ejemplo, la columna separadora de segundo efecto en un sistema de dos efectos operará generalmente a una presión de unos  $1,4$  a  $4,2 \text{ kg/cm}^2$  absolutos y preferiblemente de  $1,4$  a  $2,8 \text{ kg/cm}^2$  absolutos, y a una temperatura de  $121$  a  $149^\circ\text{C}$  y preferiblemente de  $127$  a  $138^\circ\text{C}$  aproximadamente.

- Cuando se desee separar sulfato potásico, un indeseable subproducto del proceso, del bisulfito potásico,



5. puede desviarse una porción de la solución presente en el conducto 116 a través del conducto 144, donde una centrifugadora 146 ó, si se desea, un filtro, separa los cristales de sulfato potásico a través del conducto de descarga 147. Si se usa una suspensión de bisulfito potásico como alimentación de la columna de destilación 122, la desviación y separación de sulfato potásico puede efectuarse en el conducto 134' ó en el 142.

10. La naturaleza del sistema y su funcionamiento son tales que no son adversamente afectados por la naturaleza cíclica de las operaciones de plantas, la temperatura de los gases a tratar (por ejemplo, caída de temperatura de los gases de una planta productora de energía eléctrica por la tarde) o el contenido en azufre o sólidos del gas, proporcionando así una gran flexibilidad. Así, puede purificar cualquier gas que contenga  $SO_2$ ,  $SO_3$  ó sólidos desmenuzados o cualesquiera otros tipos similares de componentes en cualquier tipo de gas que sea compatible con el sistema y no resulte nocivamente afectado por el sistema o afecte perjudicialmente a éste.

15. La versión de la figura 12 es esencialmente igual a la de la figura 1, con la excepción de la zona de destilación, designada en su conjunto por 125', en la que el bisulfito potásico es descompuesto en presencia de un gas inerte. En el sistema de la figura 12, la solución de bisulfito potásico del conducto 116' es pasada a la zona de destilación 125', en la que la solución es calentada a una temperatura, por ejemplo de 110 a 149°C, suficiente para la descomposición del bisulfito potásico para producir dióxido de azufre y una solución de sulfito potásico. La

20.

25.

30.



- descomposición se efectúa ventajosamente en una operación de destilación de efectos múltiples para incrementar la conversión total de bisulfito potásico en sulfito potásico y reducir la energía, es decir las necesidades de vapor de agua, del sistema. Como se ilustra, la zona de destilación 125' incluye una columna de destilación 122", aunque si se desea pueden usarse dos o más efectos. La solución alimentada a la columna 122" a través del conducto 116' es calentada mediante vapor de agua en el cambiador de calor 150' a una temperatura, generalmente inferior al punto de ebullición a la presión de funcionamiento de la columna suficiente para descomponer el bisulfito potásico de la solución y producir sulfito potásico y dióxido de azufre, introduciéndose en la columna 122" a esta temperatura. Aunque la solución de bisulfito ha sido descompuesta, no hay ninguna forma de liberar el dióxido de azufre hasta que se aplique una fuerza accionadora. En consecuencia, se introduce un gas inerte, tal como nitrógeno, metano, argón, helio, etc., en la columna 122" a través del conducto 130", para retirar al  $SO_2$  de la solución y preferiblemente saturar el gas inerte con  $SO_2$  cuando la presión parcial del dióxido de azufre en los vapores contenidos en la columna es igual a la presión parcial del dióxido de azufre de la solución, no pudiéndose retirar ningún dióxido de azufre adicional de la solución, independientemente de la energía suministrada a la columna. Cuando se usan varias columnas, las necesidades de energía o de vapor de agua del sistema se reducen recuperando energía de los vapores producidos en cada columna de destilación, mediante el uso de estos vapores para proporcionar calor destinado a la siguiente
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



- columna. El gas inerte que contiene  $\text{SO}_2$  es retirado a través del conducto 124" y del cambiador de calor 126", en el que se condensa el  $\text{SO}_2$ , pasándose al separador 128". El  $\text{SO}_2$  condensado (que contiene todo el agua retirada de la columna 122") se retira del fondo del separador 128" a través del conducto 138" y el gas inerte a través del conducto 132". El ventilador 130" situado en el conducto 132" devuelve el gas inerte a la columna 122". La solución de bisulfito potásico parcialmente descompuesta es retirada de la columna 122" a través del conducto 134" y pasada mediante la bomba 136" al tanque 106' de alimentación del absorbedor. Unas temperaturas de 110 a 149°C aproximadamente, y unas presiones de hasta unos 14  $\text{kg/cm}^2$  absolutos dentro de la columna de destilación 122" son típicas.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- La solución contenida en el conducto 116' es generalmente calentada a una temperatura tan elevada como sea posible, sin producir sulfato potásico y sin hervir la solución. El calor incrementa la presión parcial del  $\text{SO}_2$  en la solución, hasta el punto de ebullición de la solución, proporcionando una gran diferencia de presión entre el  $\text{SO}_2$  de la solución y el gas inerte, de manera que éste último puede barrer al  $\text{SO}_2$  de la solución a su paso a través de la columna 122". Generalmente, pueden usarse en la zona de descomposición unas temperaturas de 110 a 316°C aproximadamente, pero preferiblemente inferiores a 204°C, por encima de la cual puede formarse sulfato, y unas presiones de 0 a 21  $\text{kg/cm}^2$  absolutos aproximadamente, y preferiblemente de 1,05 a 10,5  $\text{kg/cm}^2$  absolutos. El gas inerte es pasado a través de la columna



a una velocidad suficiente para separar  $\text{SO}_2$  de la solución, pero insuficiente para expulsar solución de la columna, por ejemplo de 0,45 a 6 m por segundo y preferiblemente de 0,6 a 2,4 m por segundo, aproximadamente. Como

5. gran parte del agua es condensada en la columna en las condiciones de funcionamiento de la misma, se retirará poco vapor de agua con los gases inertes, permitiendo la reutilización de la solución de sulfito potásico regenerada.
10. El sistema de recuperación de  $\text{SO}_2$  anteriormente descrito e ilustrado en las figuras 1 y 2 se empleó en el tratamiento de gas de chimenea de una planta productora de energía eléctrica que quemaba carbón. Para evaluar la caída de temperatura del gas de chimenea entrante después de dirigirse a través del predepurador, se efectuaron varias pruebas con variables relaciones entre agua depuradora y gas residual. En cada prueba se introdujo el gas de chimenea en el predepurador a una velocidad de flujo de unos  $56,62 \text{ m}^3$  por minuto y a una temperatura de  $149^\circ\text{C}$  aproximadamente. La temperatura y humedad del gas a su salida de la parte superior del blanco de incidencia, fueron anotadas. Los resultados se indican en la tabla I, expuesta más adelante.

#### Ejemplo I

25. En la tabla II, que se ofrece más adelante, se expone un ejemplo específico de este procedimiento dentro de las condiciones y parámetros señalados en las explicaciones relacionadas con las figuras 1 y 2 del dibujo, usando esencialmente los mismos ejemplos específicos anotados en los dibujos, ofreciendo la tabla unas composiciones es
- 30.



- pecíficas de las corrientes para los diversos conductos de flujo y temperaturas dominantes. El gas de chimenea tiene la siguiente composición típica, en moles %: 0,3% de dióxido de azufre, 3,4% de oxígeno, 6,0% de vapor de agua, 14,2% de dióxido de carbono, 76,1% de nitrógeno y 0,0003% de trióxido de azufre. No se produce esencialmente ningún sulfato potásico. El refrigerador rápido del tipo de vacío funciona a 0,07 kg/cm<sup>2</sup> absolutos y a 40°C, retirándose agua del refrigerador rápido a un ritmo de unos 63 kg por hora, siendo el pH de la solución en el cristalizador de 7,0 a 7,2 aproximadamente.
- 5.
- 10.

#### Ejemplo II

- Se sigue esencialmente el mismo procedimiento usado en el ejemplo I, con la excepción de usarse una solución acuosa de sulfito de cesio en lugar de sulfito potásico, para producir bisulfito de cesio y recuperar SO<sub>2</sub>.
- 15.

#### Ejemplo III

- Se sigue esencialmente el mismo procedimiento empleado en el ejemplo I, con la excepción de usarse una solución acuosa de sulfito de rubidio en lugar de sulfito potásico, para producir bisulfito de rubidio y recuperar SO<sub>2</sub>.
- 20.

- La figura 3 es una vista en sección de un diseño de aparato de la presente invención, tal como se describe en relación con las figuras 1 y 2, pero para un uso independiente en la separación de sólidos desmenuzados o componentes solubles en líquido presente en una corriente gaseosa. Muestra también el paso del gas a través del precipitador eléctrico 200, para la separación de partículas grandes de dicho gas, y el efecto del predepurador 10 se
- 25.
- 30.



- utiliza sobre el tamaño y parte de los sólidos desmenuzados que es generalmente más difícil de separar. Con referencia a la figura 3, se muestra el recipiente reactor 100 que comprende una sección media cilíndrica 101 provista de una entrada circular 105 para gas situada en el cuarto inferior de la sección media y medios pulverizadores de líquido de una tubería situados a través de la abertura 106 y extendidos lateralmente hasta la sección media. Tiene una porción inferior cónica 102 que presenta una salida 26 para retirar líquido y material sólido particulado; y una porción superior cónica invertida 103 provista de una salida para gas 104, destinada a retirar gas purificado. La placa de soporte circular 15 dotada de una serie de aberturas 107 (véase figura 4), está axialmente montada en la zona 20 por encima de la tubería 24 y se acopla fijamente a la pared interna 108 de la sección media 101, sustentando una columna rellena 22 compuesta de tres capas de anillos Raschig cerámicos. La columna rellena y la placa de sustentación definen un blanco de incidencia 110 permeable a los gases. La entrada para gas 105 se acopla encajadamente a la tubería 12 de entrada de gas, provista de un extremo 13 en forma de cubierta, que se extiende hacia arriba hasta la zona 20 por debajo de la tubería 24 y que se encuentra en comunicación gaseosa con el blanco 110. Las toberas de pulverización 25 están preferiblemente espaciadas de manera uniforme a lo largo de la porción interna 109 de la tubería 24 y están montadas para pulverizar una corriente continua de líquido, por ejemplo agua, hacia el blanco 110, en comunicación líquida con el mismo.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



TABLA I

<u>Prueba</u>	<u>Temperatura de entrada del gas de chimenea, °C</u>	<u>Flujo de agua a la tobera de pulverización, litros por minuto</u>	<u>Moles de H<sub>2</sub>O por mol de gas seco</u>	<u>Temperatura de salida del gas de chimenea, °C</u>	<u>Humedad de salida del gas de chimenea, %</u>
1	149	0,0	0,060	149	6
2	149	0,378	0,075	123,8	8
3	149	0,756	0,085	101,7	12
4	149	1,134	0,105	82,2	20
5	149	-	0,135	53,3	100

TABLA II

Proceso Corriente	Conducto 12 para gas de chimenea	Al interior del absorbe dor 30	Conducto 14 para gas de chimenea	Conducto 16 para alimentación del absorbedor	Conducto 18 de descarga del absorbedor	Hoja 108 de descarga de cristales	Conducto 102 para filtrado
SC <sub>2</sub>	0,29	0,29	0,028	6,76	7,02	1,12	5,90
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>				5,96	6,87	1,91	4,95
K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>				8,19	7,55	0,04	7,51
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>				0,79	0,79	0,12	0,67
SO <sub>3</sub>	0,0003	0					
H <sub>2</sub> O	X		X + 2,25	15,79	13,77	0,0	13,77
Solidos				14,95	15,21	2,07	13,14
Total	49,5		51,48	30,29	28,98	2,07	26,91
Gas de chimenea	56,9		43,8				
Ceniza volante	0,3 (1)	0					
Litros por minuto				21,17	19,65		5,0
Gravedad específica				1,44	1,48		1,43
Temperatura °C	149	123,7	51,7	65,6	57,2	40	40
pH				7,2	7,1		
Humedad relativa	6%	8% (2)					

(1) 1,5 granos por 0,028 m<sup>3</sup> al interior de un precipitador eléctrico y 0,3 granos fuera del precipitador eléctrico.

(2) Fuera de la zona absorbadora 30, la humedad relativa era del 83%.



TABLA II

<u>Proceso</u>	<u>Corriente</u>	<u>Conducto 12 para gas de chimenea</u>	<u>Al interior del absorbedor 30</u>	<u>Conducto 14 para gas de chimenea</u>	<u>Conduc alimen absorb</u>
SC <sub>2</sub>	kg/minuto	0,29	0,29	0,028	6,
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	kg/minuto				5,
K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	kg/minuto				8,
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	kg/minuto				0,
SO <sub>3</sub>	Moles %	0,0003	0		
H <sub>2</sub> O	Kg/minuto	X		X + 2,25	15,
Solidos	Kg/minuto				14,
Total	kg/minuto	49,5		51,48	30,
Gas de chimenea	m <sup>3</sup> por minuto	56,9		43,8	
Ceniza volante	Granos/ 0,028 m <sup>3</sup>	0,3 (1)	0		
Litros por minuto					21,
Gravedad especifica					1,
Temperatura	°C	149	123,7	51,7	65,
pH					7,
Humedad relativa		6%	8% (2)		

(1) 1,5 granos por 0,028 m<sup>3</sup> al interior de un precipitador eléctrico y 0,3 granos fuera del precipitador eléctrico.

(2) Fuera de la zona absorbidora 30, la humedad relativa era del 83%.



BLA II

<u>nea</u>	<u>Conducto 16 para alimentación del absorbedor</u>	<u>Conducto 18 de descarga del absorbedor</u>	<u>Hoja 108 de descarga de cristales</u>	<u>Conducto 102 para filtrado</u>
28	6,76	7,02	1,12	5,90
	5,96	6,87	1,91	4,95
	8,19	7,55	0,04	7,51
	0,79	0,79	0,12	0,67
,25	15,79	13,77	0,0	13,77
	14,95	15,21	2,07	13,14
48	30,29	28,98	2,07	26,91
3				
	21,17	19,65		5,0
	1,44	1,48		1,43
	65,6	57,2	40	40
	7,2	7,1		

ico y

33%.

TABLA II. (Continuación)

Proceso	Corriente	Conducto 116 de alimentación de la columna de destilación	Conductos 124 y 124' del vapor efluente de la columna de destilación	Conductos 131 y 131' del producto de la columna de destilación	Conducto 134' para residuo de la columna de destilación	Conducto 24 de alimentación de agua al predepurador
SO <sub>2</sub>	kg/minuto	1,12	0,25	0,26	0,86	
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	kg/minuto	1,91			1,01	
K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	kg/minuto	0,04			0,68	
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	kg/minuto	0,12			0,12	
SO <sub>3</sub>	Moles %					
H <sub>2</sub> O	kg/minuto	2,97	0,94	0,020	2,02	0,37
Sólidos	Kg/minuto	2,07			1,81	
Total	kg/minuto	5,04	1,20	0,28	3,83	0,37
Gas de chimenea	M <sup>3</sup> por minuto					
Ceniza vo lante	Granos/ <sub>3</sub> 0,028 m <sup>3</sup>					
Litros por minuto		3,70			2,83	0,378
Gravedad específica		1,37			1,42	1,0
Temperatura	°C	48,9	107,2	92	125,4	30
pH						
Humedad relativa						

TABLA II (Continúa)

<u>Proceso</u>	<u>Corriente</u>	<u>Conducto 116 de alimentación de la columna de destilación</u>	<u>Conductos 124 y 124' del vapor efluente de la columna de destilación</u>	<u>Conduc del pi column ción</u>
SO <sub>2</sub>	kg/minuto	1,12	0,26	
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	kg/minuto	1,91		
K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	kg/minuto	0,04		
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	kg/minuto	0,12		
SO <sub>3</sub>	Moles %			
H <sub>2</sub> O	kg/minuto	2,97	0,94	
Sólidos	Kg/minuto	2,07		
Total	kg/minuto	5,04	1,20	
Gas de chimenea	M <sup>3</sup> por minuto			
Ceniza vo lante	Granos/ 0,028 m <sup>3</sup>			
Litros por minuto		3,70		
Gravedad específica		1,37		
Temperatura	°C	48,9	107,2	
pH				
Humedad relativa				



II. Continuación)

<u>del Conductos 131 y 131' co- del producto de la columna de destilación</u>	<u>Conducto 134' para residuo de la columna de destilación</u>	<u>Conducto 24 de alimentación de agua al predepu rador</u>
0,26	0,86	
	1,01	
	0,68	
	0,12	
10,020	2,02	0,37
	1,81	
C,28	3,83	0,37
	2,83	0,378
	1,42	1,0
92	125,4	30

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre:
5. PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA SEPARAR BÍOXIDO DE AZUFRE DE
10. UNA CORRIENTE GASEOSA; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1.- Procedimiento para separar bióxido de azufre de una corriente gaseosa, que tiene una temperatura de aproximadamente 65,5 a 426,6°C. y que contiene bióxido de azufre mezclado con trióxido de azufre, que comprende:
20. poner en contacto la corriente gaseosa con una solución absorbente acuosa de sulfito metálico para absorber bióxido de azufre de la corriente gaseosa y producir un afluyente absorbente gastado que contiene el bisulfito metálico correspondiente; tratar el afluyente absorbente gastado
25. para producir bióxido de azufre y regenerar sulfito, y reciclar el sulfito regenerado a la citada etapa de contacto, caracterizado porque la corriente gaseosa, antes de ponerse en contacto con dicha solución absorbente, se trata primero para separar trióxido de azufre de la misma.
30. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la corriente gaseosa tratada contiene también contaminantes sólidos particulados, separándose los contaminantes sólidos particulados de la corriente antes de poner en contacto dicha corriente con la solución absorbente acuosa de sulfito metálico.

- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la separación de trióxido de azufre de la corriente gaseosa en tratamiento se efectúa conduciendo la corriente gaseosa en el sentido ascendente en una zona de depuración hasta un blanco de incidencia, permeable, fluido, dispuesto practicamente horizontal, que tiene una superficie discontinua; conducir un líquido acuoso en sentido ascendente en la zona de depuración hasta dicho blanco de incidencia simultaneamente con dicha corriente gaseosa para ponerse en contacto con la superficie inferior de dicho objetivo o punto de incidencia humedeciéndolo, sirviendo la cantidad de dicho líquido para disolver trióxido de azufre de la corriente gaseosa; pasar dicha corriente gaseosa a través de dicho blanco de incidencia para obtener una corriente gaseosa efluente desde dicho blanco de incidencia de contenido reducido de trióxido de azufre; separar líquido con contenido de trióxido de azufre de la superficie inferior de dicho blanco de incidencia; y extraer desde dicha zona de depuración el líquido separado que contiene trióxido de azufre.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la corriente gaseosa en tratamiento contiene también contaminantes sólidos particulados y porque el procedimiento comprende separar contaminantes sólidos particulados de la corriente mezclados con trióxido de azufre que se separa de la misma en la zona de depuración.
- 25.

- 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque los contaminantes sólidos están presentes en la corriente gaseosa en tratamiento en una cantidad del orden de 0,00228 a 137,2980 g./m<sup>3</sup> de gas, y el
- 30.

trióxido de azufre está presente en una cantidad de aproximadamente 0,0001 a 0,01 mol por ciento.

5. 6.-Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque los contaminantes sólidos comprenden cenizas volantes; porque el chorro gaseoso se trata preliminarmente en una operación de separación preliminar para eliminar una cantidad sustancial de los contaminantes sólidos antes de introducirse en la zona de depuración, y porque la corriente gaseosa introducida en la zona de depuración contiene aproximadamente de 1,14 a 68,64 g. de contaminantes sólidos por m<sup>3</sup> de gas.

10. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el líquido acuoso es agua y se conduce hasta el blanco de incidencia en una cantidad de aproximadamente 0,03 a 3,78 litros por minuto por 56,63 m<sup>3</sup> por minuto de gas, suficiente para formar gotitas que contienen contaminantes en la superficie inferior del blanco de incidencia, cuyas gotitas caen desde dicho blanco de incidencia y se separan de la zona de depuración antes de que se produzca una evaporación sustancial de las gotitas.

15. 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el agua tiene una temperatura de aproximadamente 10,0 a 48,8°C. y porque el gas tiene una temperatura de aproximadamente 65,5°C. a 35,5°C. y una humedad relativa que alcanza hasta el 10 %.

20. 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el agua se conduce hasta el blanco de incidencia en forma de chorro empleando medios de pulverización situados a una distancia de aproximadamen-
25. 30.

te 101,6 mm. a 457,2 mm. por debajo del citado blanco de incidencia que propulsan el agua hasta el citado punto de incidencia a una velocidad suficiente para ponerse en contacto con la superficie inferior del mismo humedeciéndola pero que es suficiente para penetrar dicho blanco de incidencia en una cantidad sustancial.

5.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el chorro de agua es continuo, tiene gotitas de un tamaño comprendido aproximadamente entre

10.

200 a 800 micras, y tiene una velocidad superficial en el momento de su contacto con el citado blanco de incidencia de aproximadamente 1,52 a 3,04 m por segundo, y porque la corriente gaseosa se introduce a la zona depuradora en un punto suficientemente por debajo de los medios pulverizadores de agua para que la fuerza de entrada de la corriente

15.

gaseosa no destruya la línea que sigue el chorro de agua, pero no tan lejos de los medios pulverizadores que se pudiera producir una evaporación excesiva de las gotitas con contenido contaminantes que caen desde la superficie inferior del citado blanco de incidencia.

20.

11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la corriente gaseosa se introduce en la zona de depuración en un punto situado aproximadamente de 12,70 a 177, 80 cm. por debajo del blanco de incidencia y tiene una velocidad superficial en el momento de su contacto con el citado blanco de incidencia de aproximadamente 0,609 a 4,57 m. por segundo.

25.

12.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque la corriente gaseosa en tratamiento contiene de aproximadamente 0,001 a menos de 5 moles por

30.

ciento de bióxido de azufre y tiene una temperatura de aproximadamente 121,1 a 204,4°C.

5. 13.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el blanco de incidencia comprende una empaquetadura o relleno que tiene aproximadamente de un 50 a un 90 % de espacio vacío y comprende partículas sólidas sueltas con su más larga dimensión comprendida aproximadamente entre 6,35 mm. y 88,9 mm.

10. 14.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque las partículas pesan aproximadamente 380,54 a 1.121,26 g. por litro y porque la empaquetadura o relleno está compuesto aproximadamente por 2 a 4 capas de las partículas y tiene un espesor de aproximadamente 38,10 a 139,7 mm.

15. 15.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque las partículas tienen su dimensión más larga comprendida aproximadamente entre 25,4 y 38,1 mm. y porque la empaquetadura o relleno se riega intermitentemente por medio de un chorro descendente de agua conducido intermitentemente sobre la superficie superior del citado blanco de incidencia.

20. 16.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el sulfito metálico es sulfito potásico, sulfito de cesio o sulfito de rubidio; porque el afluente absorbente gastado es una solución del bisulfito y sulfito metálico sin reaccionar, cuya solución se trata para producir bióxido de azufre y regenerar sulfito eliminando agua de la solución en cantidad suficiente para separar el bisulfito por cristalización de la solución en forma de piro-sulfito correspondiente y separar el piro-sulfito

25.

30.

del sulfito sin reaccionar, aumentando por lo tanto la presión parcial del bióxido de azufre en el piro sulfito, separando el piro sulfito cristalizado de su líquido de cristalización y calentando el piro sulfito, bien en forma sólida o en forma de bisulfito vuelto a disolver a temperaturas suficientes para descomponerlo y producir bióxido de azufre y el sulfito metálico correspondiente.

5. 17.- Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado porque el sulfito metálico en la zona absorbente en sulfito potásico; porque la solución absorbente contiene aproximadamente de un 40 a un 65 % en peso de sólido, de cuyos sólidos aproximadamente un 75 % en peso consisten en sulfito potásico siendo el resto esencialmente bisulfito potásico, y un inhibidor de la oxidación para inhibir la reacción de ion de sulfito con oxígeno, siendo la temperatura en la zona de absorción de aproximadamente 109,9°C.; porque la solución absorbente gastada que contiene bisulfito potásico que contiene aproximadamente de un 45 a un 65 % de sólidos, de cuyos sólidos aproximadamente de un 10 a un 50 % en peso es bisulfito potásico y porque la solución absorbente se enfría para ayudar a la separación por cristalización del bisulfito de la misma en forma de piro sulfito potásico.

10. 18.- Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque la solución de bisulfito se enfría a una temperatura inferior a 43,2°C. para cristalizar piro sulfito con una pureza de por lo menos un 75 % que después se descompone a una temperatura comprendida en 109,9 y 315,5°C. aproximadamente.

15. 19.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la solución absorbente gastada tiene

una temperatura de aproximadamente 26,6 a 93,3°C. y un pH de aproximadamente 6,6 a 7,4 y porque la zona de cristalización se mantiene a presión subatmosférica de aproximadamente 0,056 a 0,105 Kg./cm<sup>2</sup> absolutos para evaporar agua y enfriar la solución aproximadamente en 16,6 a 38,8°C. y porque la solución tiene un tiempo de permanencia en la zona de cristalización del orden de aproximadamente 5 minutos a dos horas.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 20.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque se añade agua suficiente a los cristales de piro sulfito separados para formar una mezcla bombeable que contiene aproximadamente de un 20 a un 75 % en peso de agua, y porque la mezcla se calienta conduciéndola hasta una zona de descomposición que tiene una primera y una segunda etapas, sometiendo la mezcla en la primera etapa a una temperatura de aproximadamente 135,0 a 204,4°C. y una presión de aproximadamente 2,81 a 5,62 Kg./cm<sup>2</sup> absolutos para descomponer bisulfito y obtener un primer producto gaseoso de vapor de agua saturado con SO<sub>2</sub> y una solución acuosa que contiene sulfito y bisulfito, conduciendo el producto líquido hasta la segunda etapa, calentando la segunda etapa indirectamente con el primer producto gaseoso y manteniendo la segunda etapa a una temperatura de aproximadamente 121,1 a 148,8°C. y una presión de aproximadamente 1,40 a 4,21 Kg./cm<sup>2</sup> absolutos para descomponer bisulfito en la misma y obtener un segundo producto gaseoso de vapor de agua saturado con SO<sub>2</sub> y una solución acuosa de sulfito, separando los productos gaseosos, y recuperando SO<sub>2</sub>.

- 30.
- 21.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque se añade suficiente agua a los cris-

- tales de piro sulfito separados para formar una mezcla moldeable que contiene aproximadamente de un 20 a un 75 % en peso de agua y porque la mezcla se pasa a través de una zona de desorción a una temperatura de aproximadamente 109,9 a 204,4°C.; porque se pone en contacto en contra de la corriente con suficiente nitrógeno, helio, metano o argón para desprender de la mezcla bióxido de azufre gaseoso, separándose después el bióxido de azufre gaseoso del nitrógeno, helio, metano o argón por condensación, y reciclándose éste a la zona de desorción.
- 5.
- 10.

22.- Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque la obstrucción de la boca de admisión de gas a la zona de depuración por deposición en la misma de contaminantes sólidos separados de la corriente gaseosa se alivia introduciendo el gas a la zona de depuración por una tubería de admisión que penetra en la zona en ángulo ascendente de aproximadamente 5 a 60° por encima de la horizontal y que termina en un punto dentro de la zona de depuración que se encuentra por lo menos a 25,4 mm. de la pared vertical de la zona.

15.

20.

23.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque la operación de poner en contacto la corriente gaseosa depurada en la zona de absorción con la solución absorbente de sulfito potásico, para absorber bióxido de azufre en la corriente gaseosa, se efectúa conduciendo la corriente gaseosa depurada en dirección generalmente ascendente a través de un plato de contacto perforado colocado horizontalmente, sobre el cual se sustenta una capa de la solución absorbente, mientras que se pulveriza la superficie inferior del plato con una parte de la solución absorbente para evitar la deposición de sal.

25.

30.

y la obstrucción de las perforaciones del plato, manteniéndose la temperatura en la zona de absorción por debajo de unos 87,7°C.

5. 24.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque la corriente gaseosa de la que se ha absorbido bióxido de azufre se conduce después a una zona de separación por arrastre donde se hace pasar el gas a través un bloque de tejido de malla que se rocía sobre ambas superficies de entrada y salida de gas con solución de sulfito potásico acuoso que se utiliza ulteriormente para absorber bióxido de azufre en la zona de absorción, teniendo el flujo de gas a través del citado bloque una velocidad de aproximadamente 0,609 a 2,133 m. por segundo, siendo la caída de presión a través del bloque menor de
10. aproximadamente 0,00126 Kg./cm<sup>2</sup>.
- 15.

- 25.- Aparato para la realización del procedimiento según las reivindicaciones 1 a 24, caracterizado porque comprende un recipiente que tiene paredes y que define una zona de depuración, una zona de absorción y una zona separadora de partículas sólidas o líquidas, en secuencia; un blanco de incidencia permeable al fluido, colocado practicamente horizontal que tiene una superficie discontinua para retener los sólidos arrastrados en el gas y que está situado en la zona de depuración; medios rociadores de líquidos situados por debajo del citado blanco de incidencia para dirigir generalmente en sentido ascendente un chorro de líquido depurador para que se ponga en contacto con el lado inferior del citado blanco de incidencia, humedeciéndolo, y separar componentes sólidos y solubles en líquido del gas; medios de flujo gaseoso
- 20.
- 25.
- 30.

- situados por debajo de los medios rociadores de líquido y diseñados para hacer fluir gas en una relación de flujo en contra de la corriente hasta el objetivo o punto de incidencia con el chorro líquido; medios de absorción de
5.  $\text{SO}_2$  en la zona de absorción en una relación de flujo gaseoso con la zona de depuración para absorber  $\text{SO}_2$  del gas; medios de separación por arrastre situados en una relación de recepción de flujo gaseoso con la zona de absorción, comprendiendo dichos medios de separación por arrastre un material de contacto de tejido de malla colocado en general horizontalmente y que es inerte respecto a los reactivos y se sitúa por encima de la zona de absorción, y medios rociadores para rociar solución contra las superficies del material de contacto en las bocas de entrada y salida
10. de gas disponiéndose dichos medios rociadores para que rocién prácticamente toda la zona de dichas superficies, comprendiendo medios que proporcionan una velocidad de flujo de una solución suficiente para mantener húmedo el material de contacto, siendo insuficiente el espesor del
15. material de contacto para producir una caída de presión excesiva en el gas que pasa a través del material.
- 20.

- 26.- Aparato según la reivindicación 25, caracterizado porque la zona de absorción contiene medios de absorción de  $\text{SO}_2$  que comprenden por lo menos un plato
25. de contacto montado para acoplarse a un dispositivo de flujo gaseoso con el fin de introducir una solución separadora de componentes en el gas sobre el plato con el fin de eliminar componentes de la masa gaseosa y medios de pulverización dispuestos para rociar una solución contra la superficie inferior de por lo menos un primer plato
30. de contacto en cantidad suficiente para mantener húmeda

la superficie inferior del plato.

5. 27.- Aparato según la reivindicación 26, caracterizado porque unos medios de caperuza penetran en el recipiente por encima de la boca de admisión de gas hasta el recipiente en una distancia de por lo menos 25,4 mm. y ascienden en ángulo de aproximadamente 5 a 60°, y porque el espesor del material de contacto es de aproximadamente 25,4 a 101,6 mm.

10. 28.- Procedimiento y aparato para separar bióxido de azufre de una corriente gaseosa, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 74 hojas escritas a máquina por una sola cara.

15.

Madrid,

WELLMAN-LORD, INC.

30 DIC. 1970

GÓMEZ ACEBO Y MODEY  
c. p. Firmado: F. Hernández Ruiz

22 ABR 1969

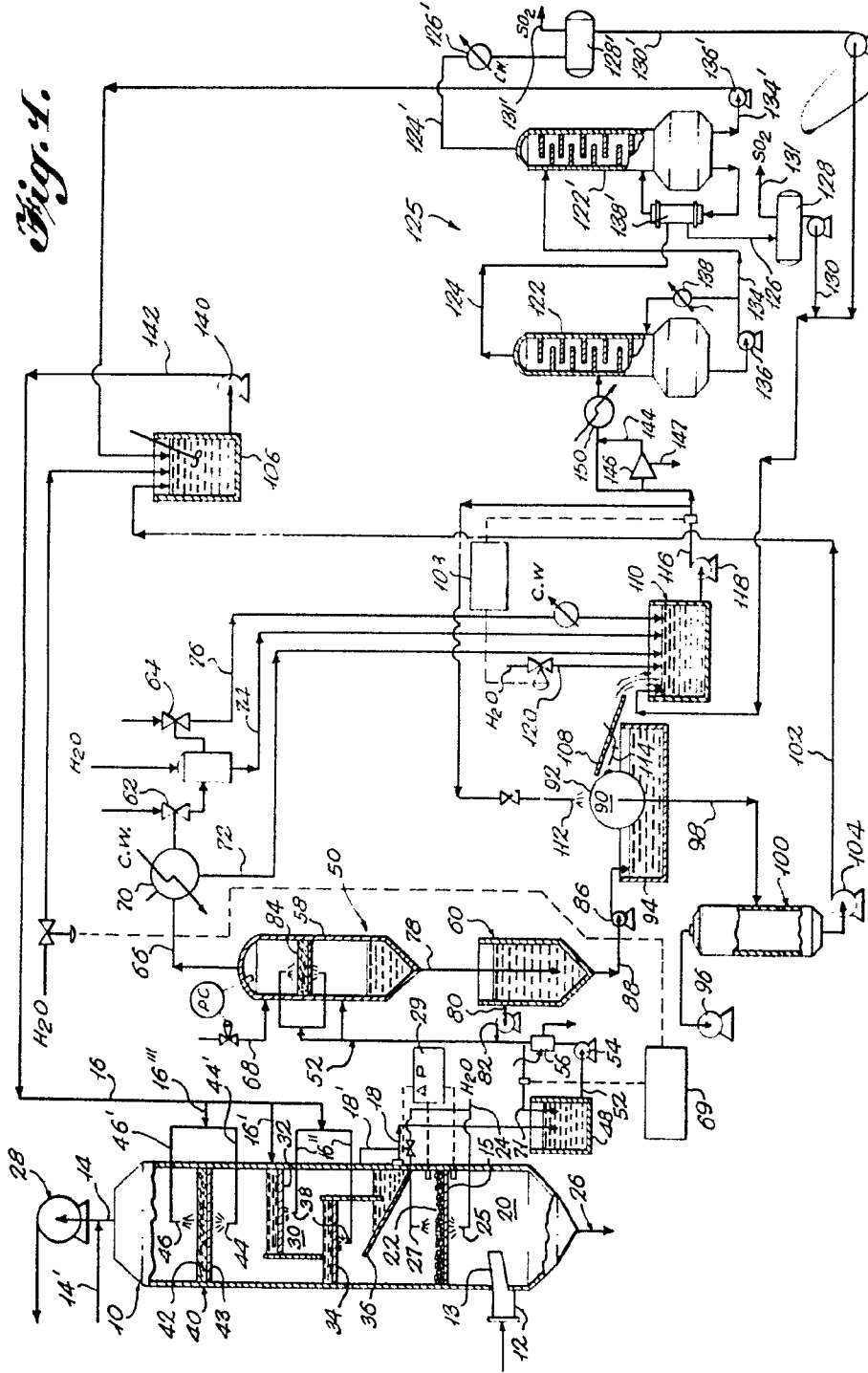
# ESCALA VARIABLE

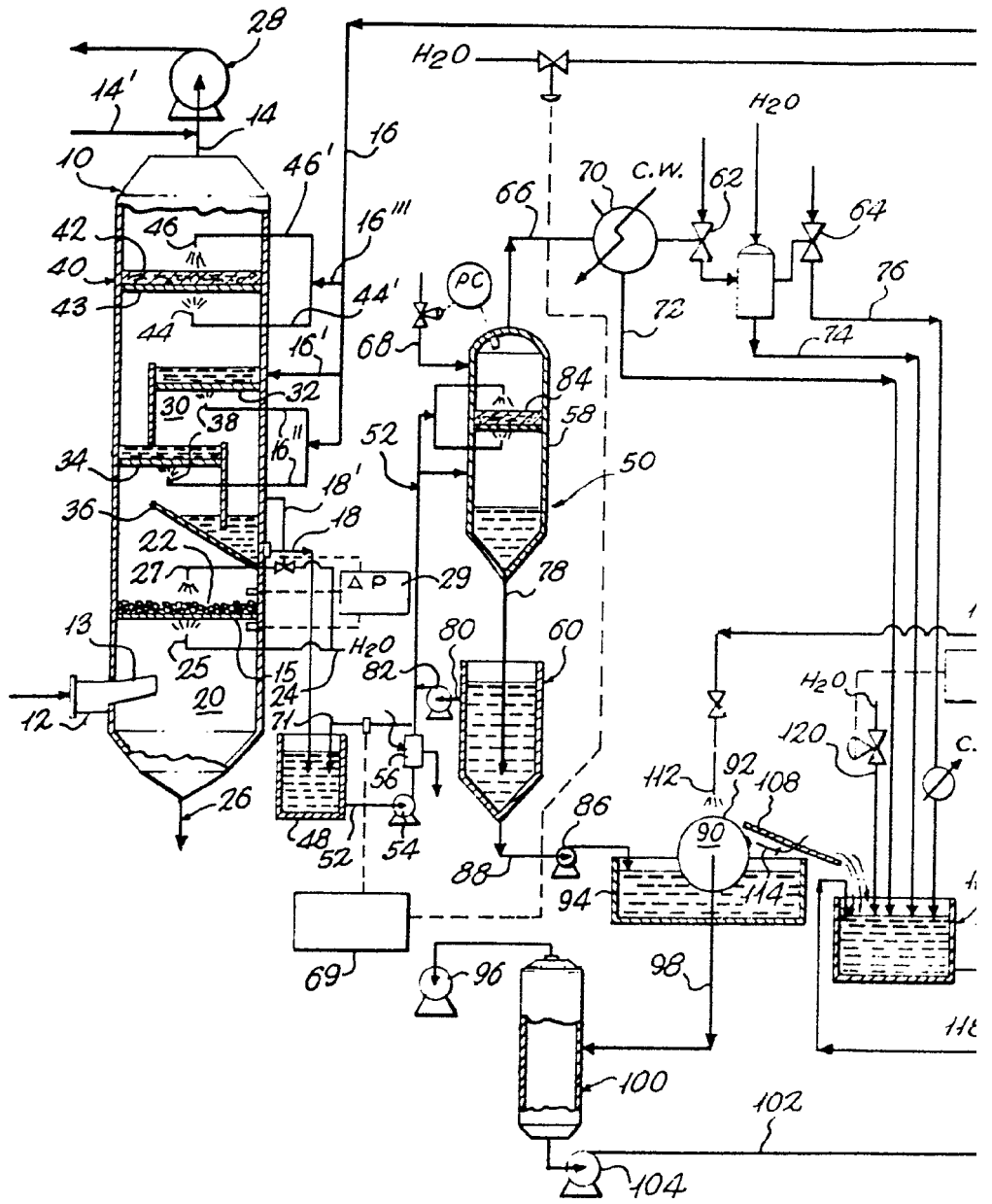
22 ABR. 1969

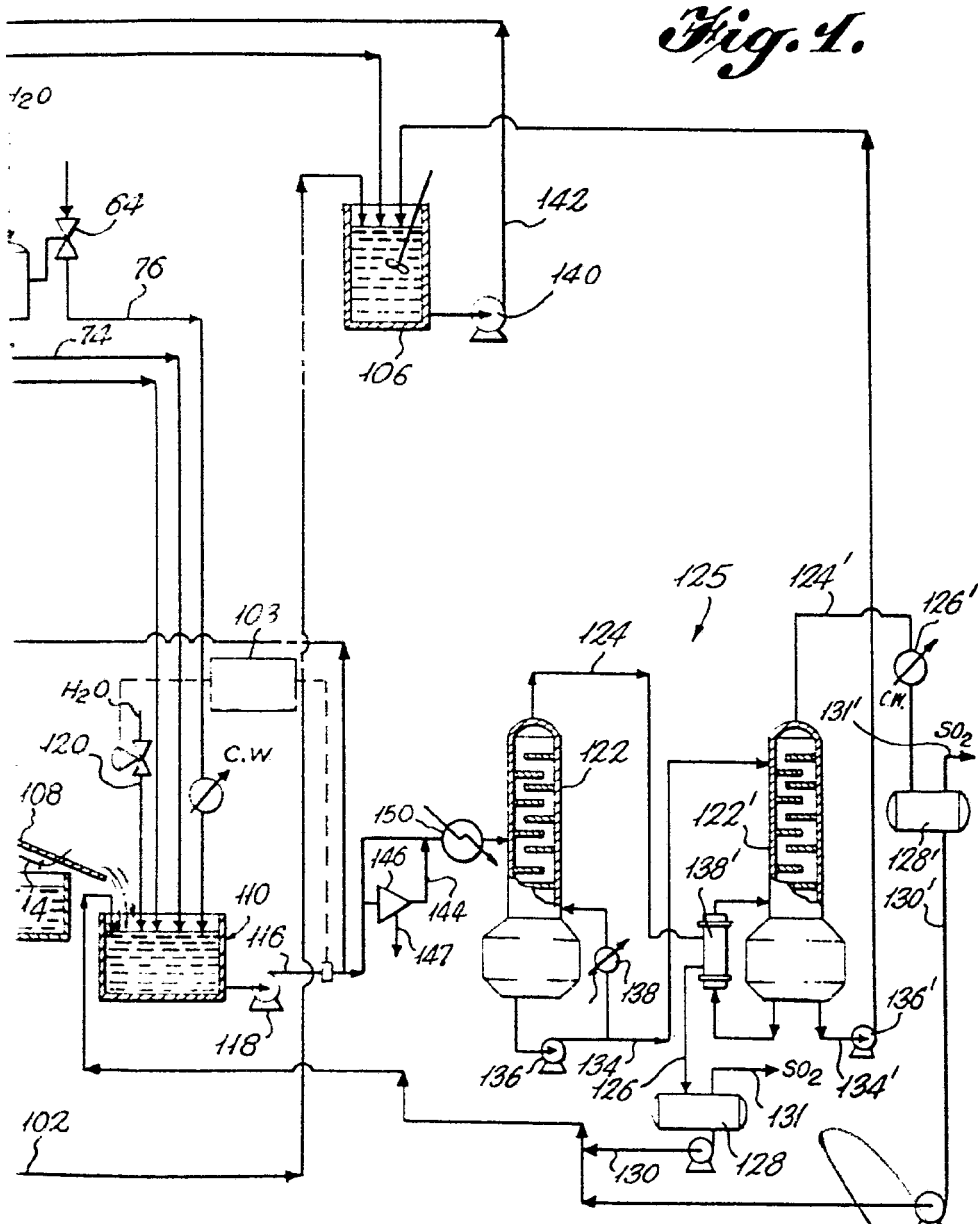
Madrid

GOMEZ ACEBO Y MODRY  
F. Firmado: F. Hernández Bala

Fig. 4.







*Fig. 1.*

22 ABR. 1969

**ESCALA  
VARIABLE**

22 ABR. 1969

Madrid

GOMEZ ACEBO Y MODER  
Firmado: F. Hernández Ruiz

Fig. 2.

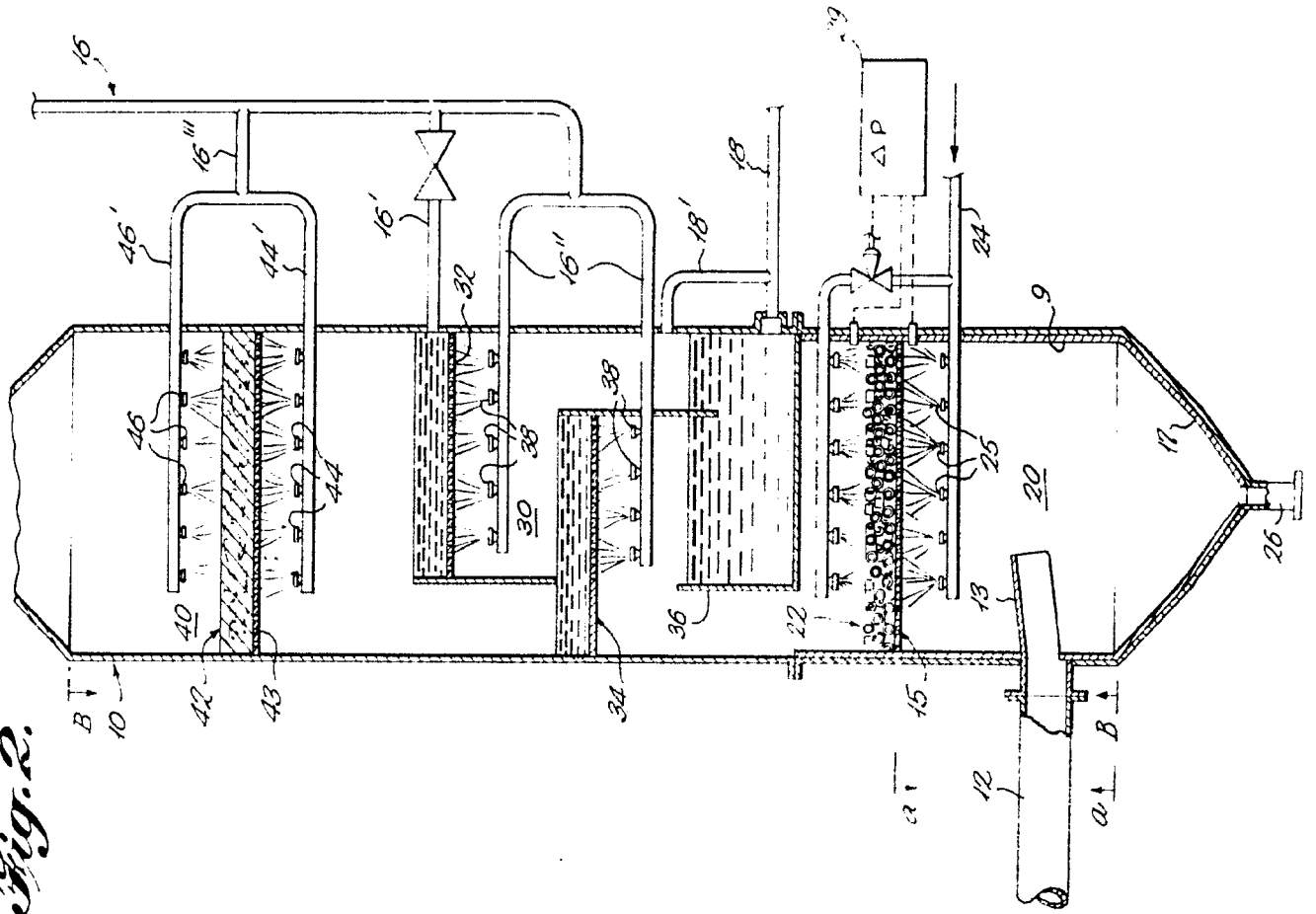
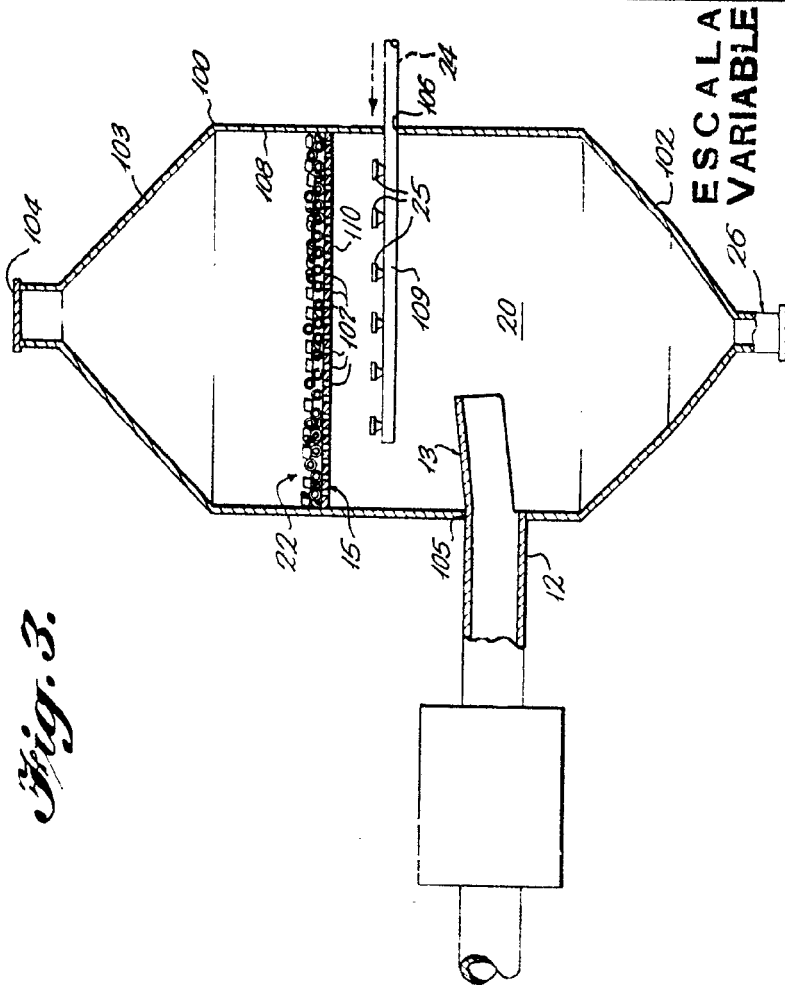
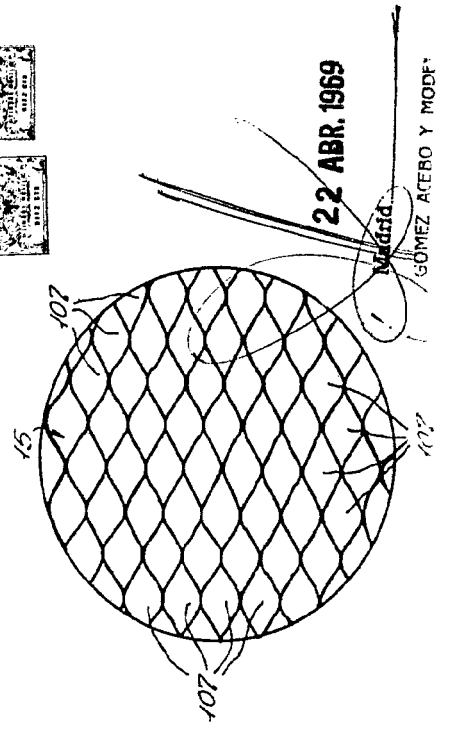


Fig. 3.



ESCALA VARIABLE

Fig. 4.



22 ABR. 1969

GÓMEZ ACERO Y MODER

Fig. 2.

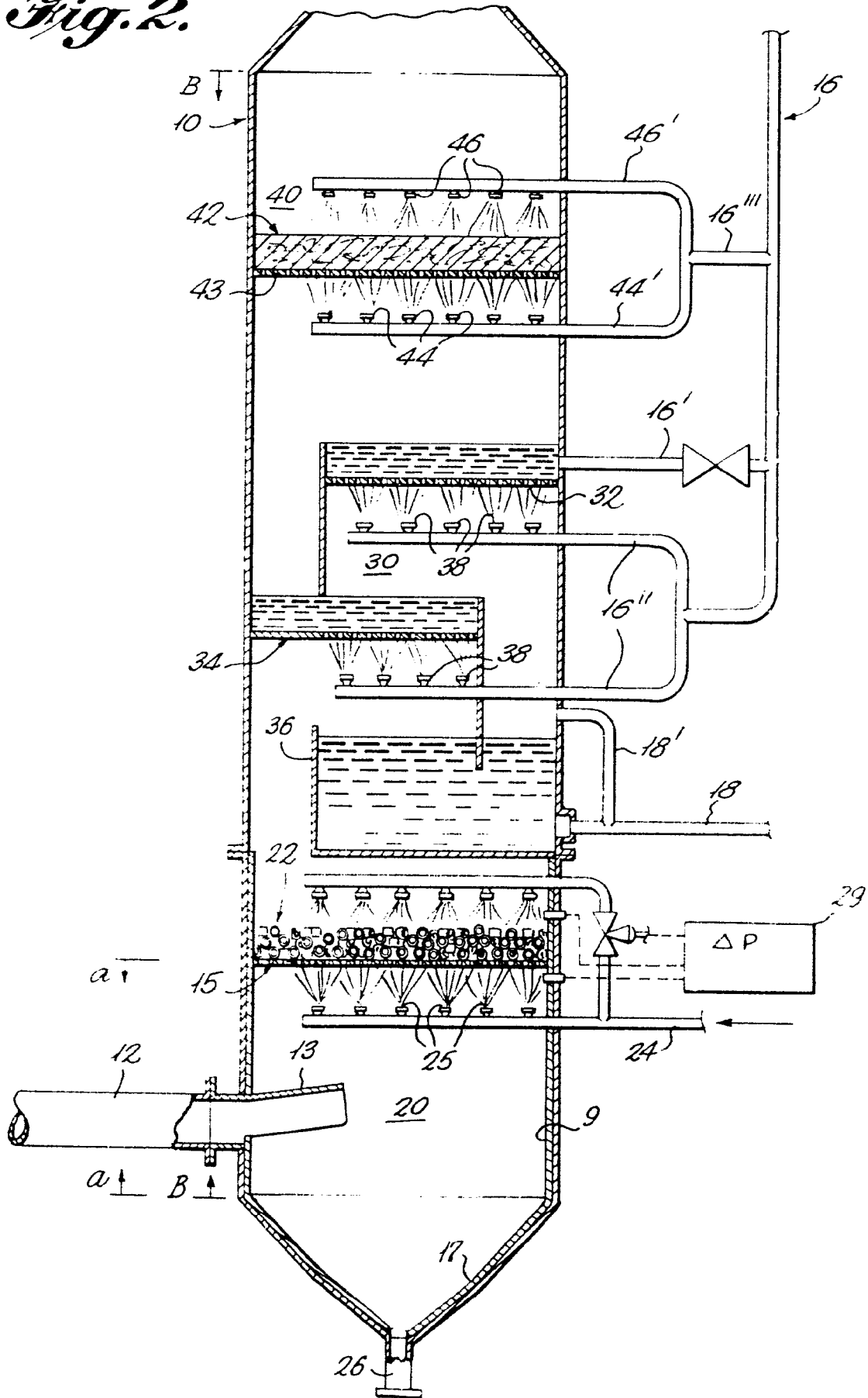


Fig. 3.

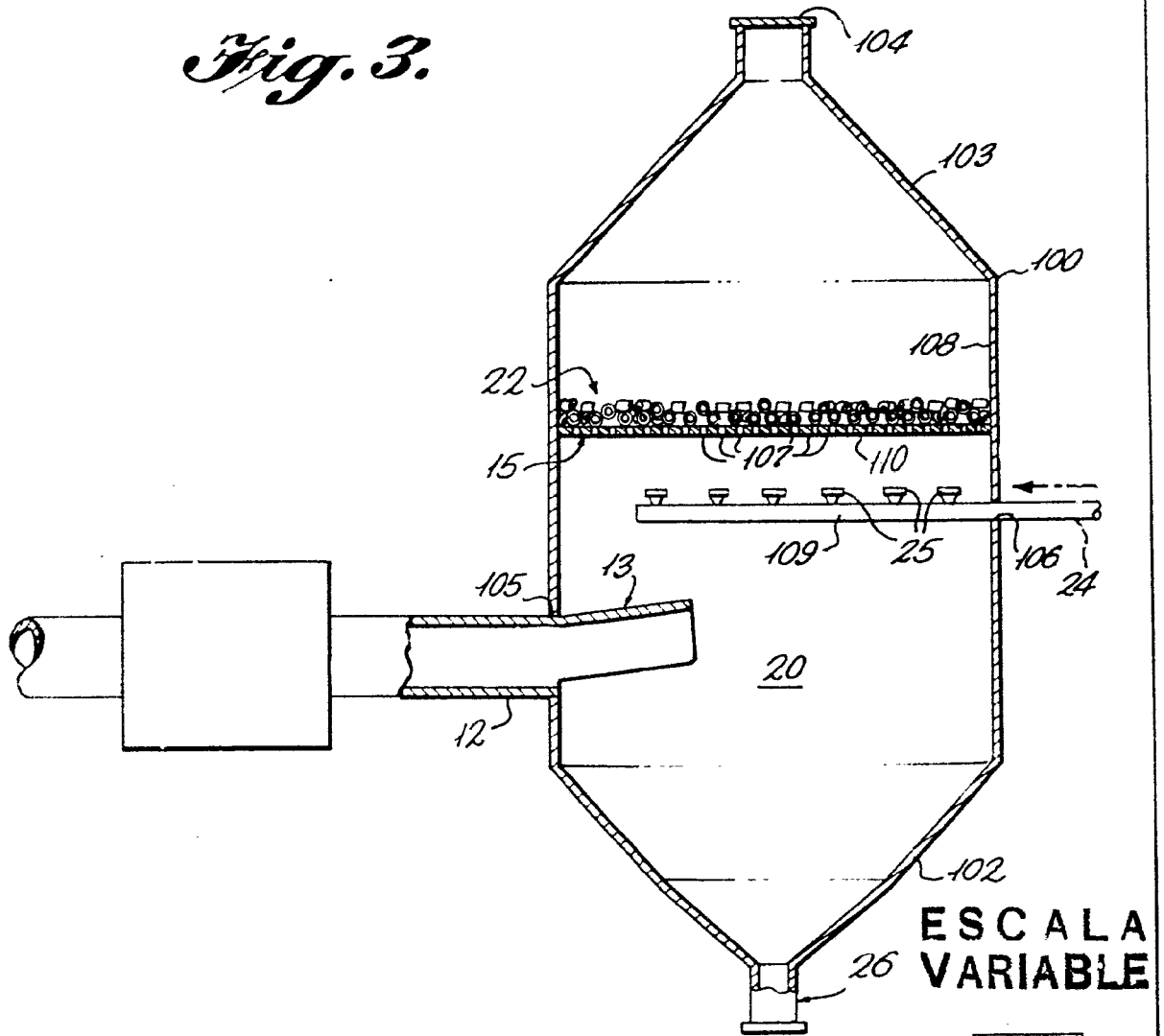
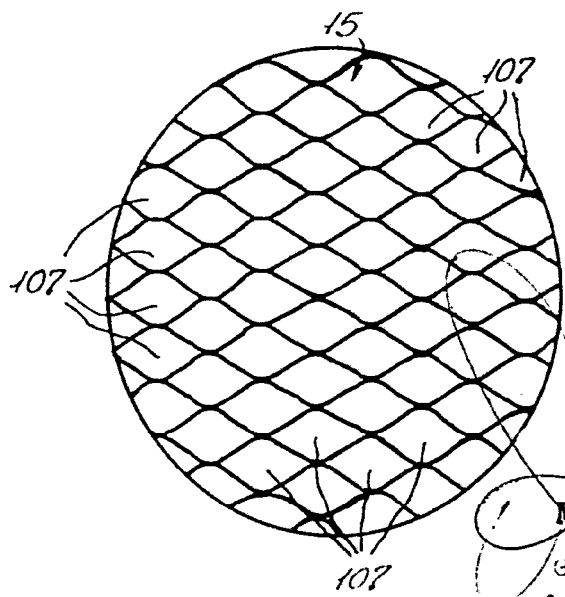


Fig. 4.



22 ABR. 1969

Madrid.  
GÓMEZ ACEBO Y MODER  
e. p. Firmado: F. Hernández D.

22 APR 1969

Fig. 5.

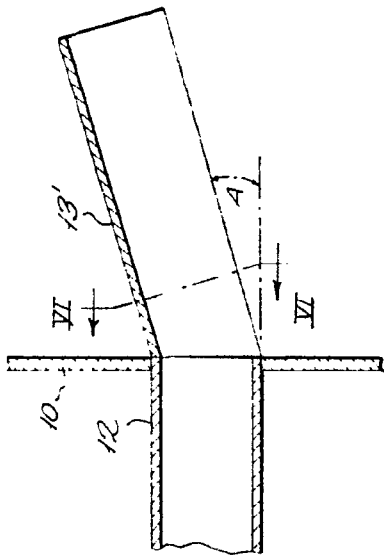


Fig. 6.

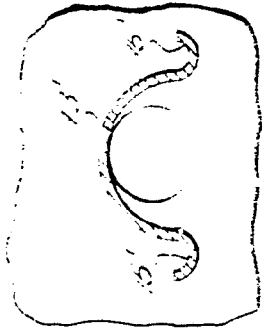
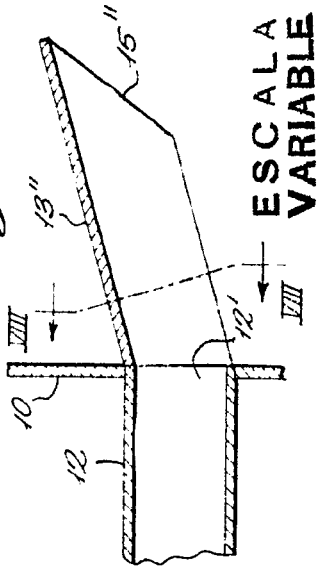


Fig. 7.



ESCALA VARIABLE

Fig. 9.

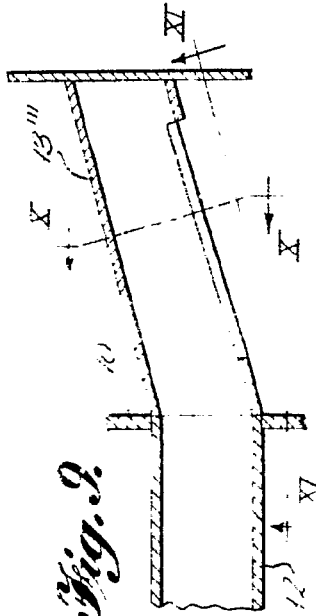


Fig. 10.

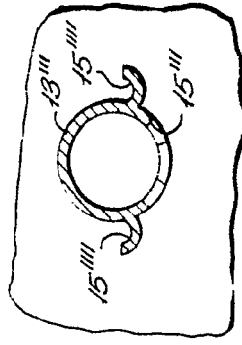


Fig. 8.

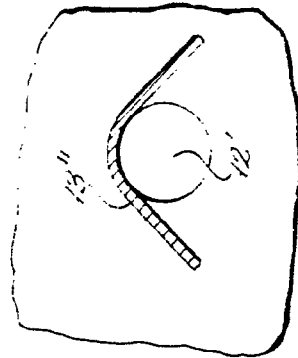
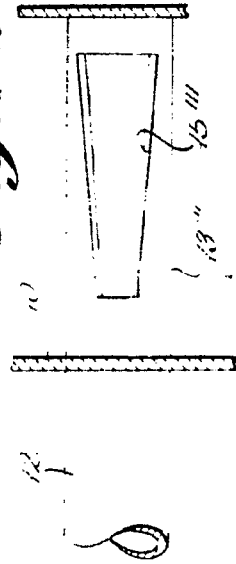


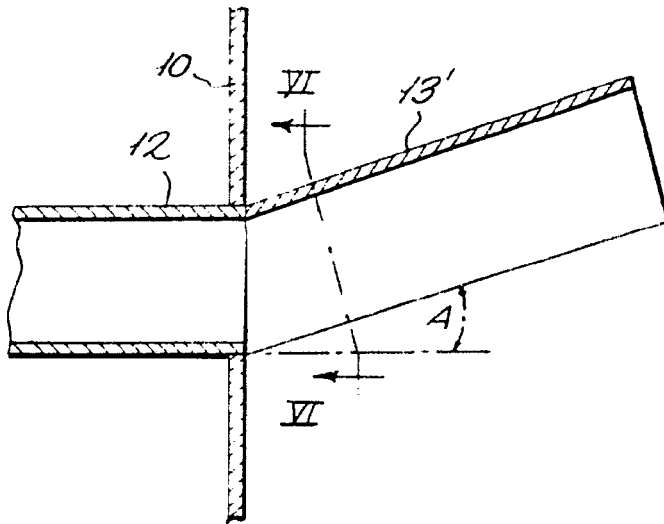
Fig. 11.



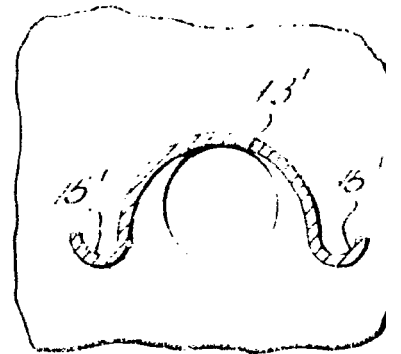
22 APR. 1969

GOMEZ ACEBO Y MODI  
Ingenieros, F. Hernández E.U.

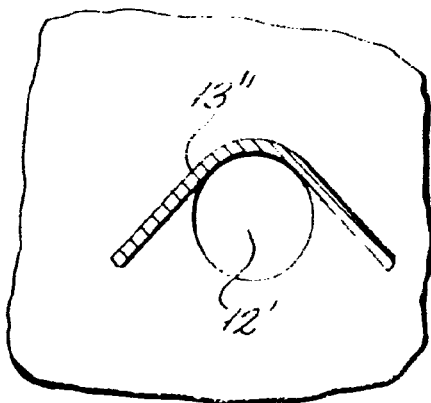
*Fig. 5.*



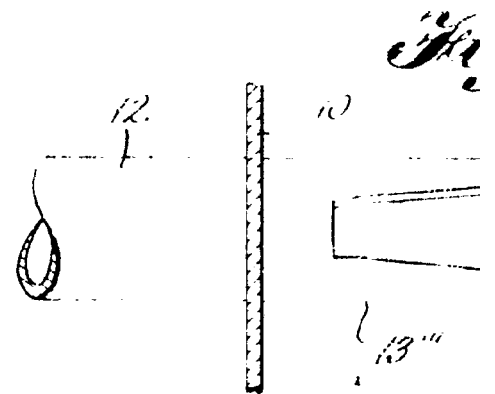
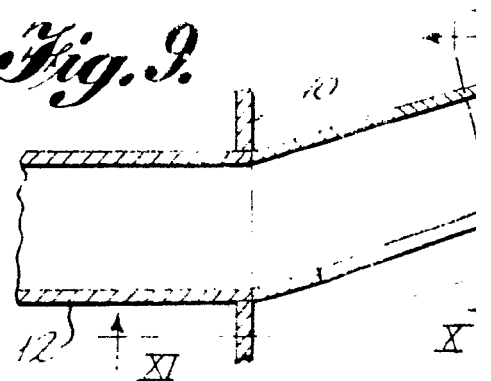
*Fig. 6.*



*Fig. 8.*



*Fig. 9.*



22 ABR 1969

Fig. 6.

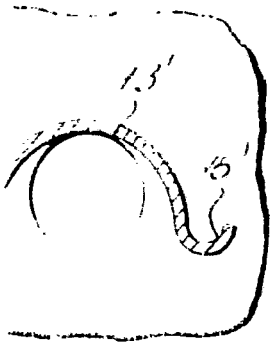


Fig. 7.

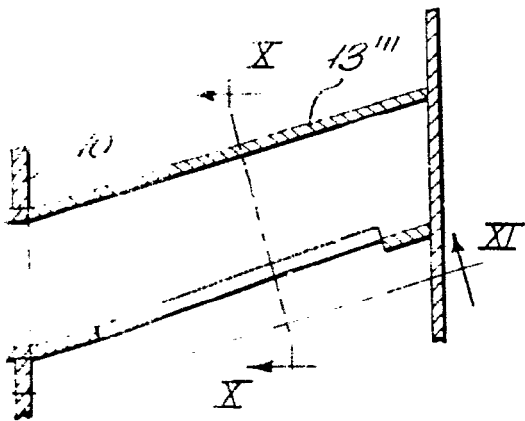
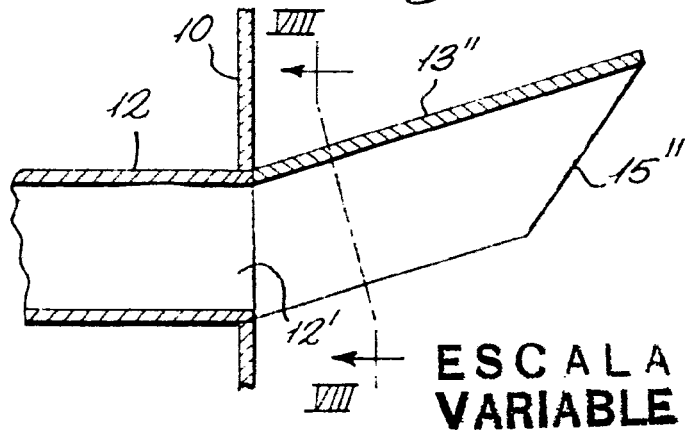


Fig. 10.

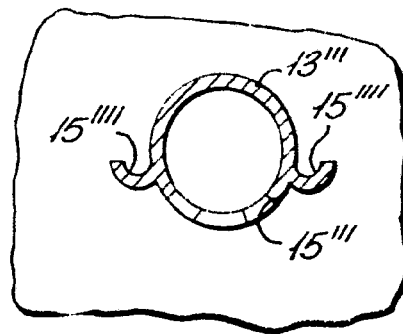
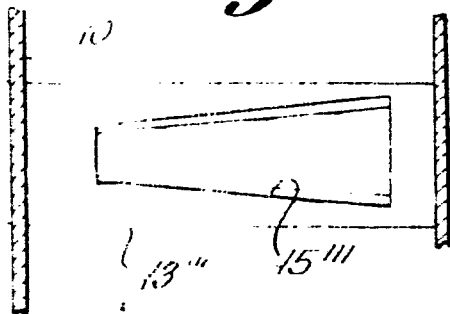


Fig. 11.



22 ABR. 1969

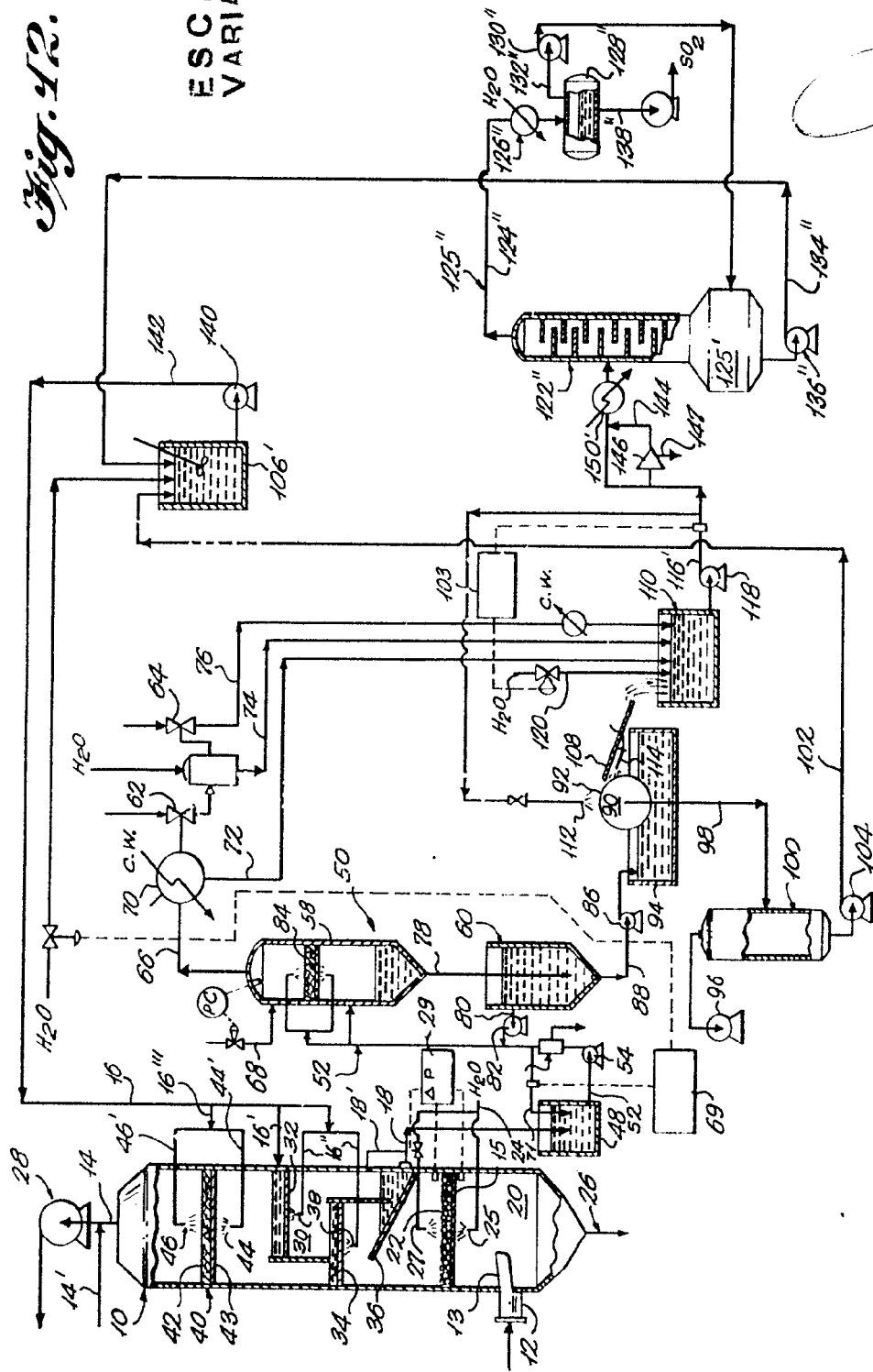
Madrid

GÓMEZ ACEBO Y MODA  
Firmado: F. Hernández Fu

22 ABR. 1969

Fig. 42.

ESCALA VARIABLE



22 ABR. 1969

Madrid

GOMEZ ACEBO Y MORA  
 Ingenieros F. Hernández & C.<sup>ta</sup>

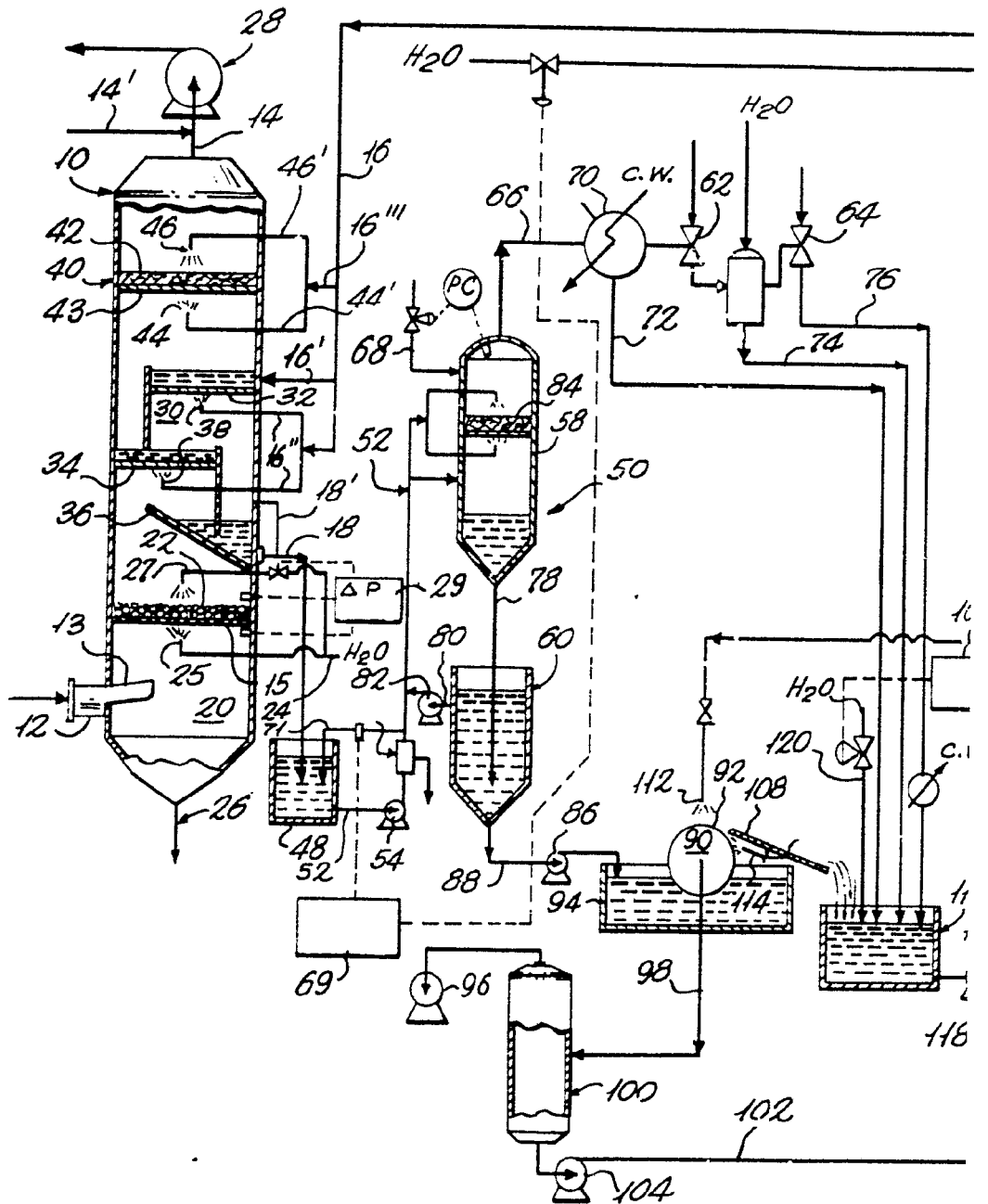
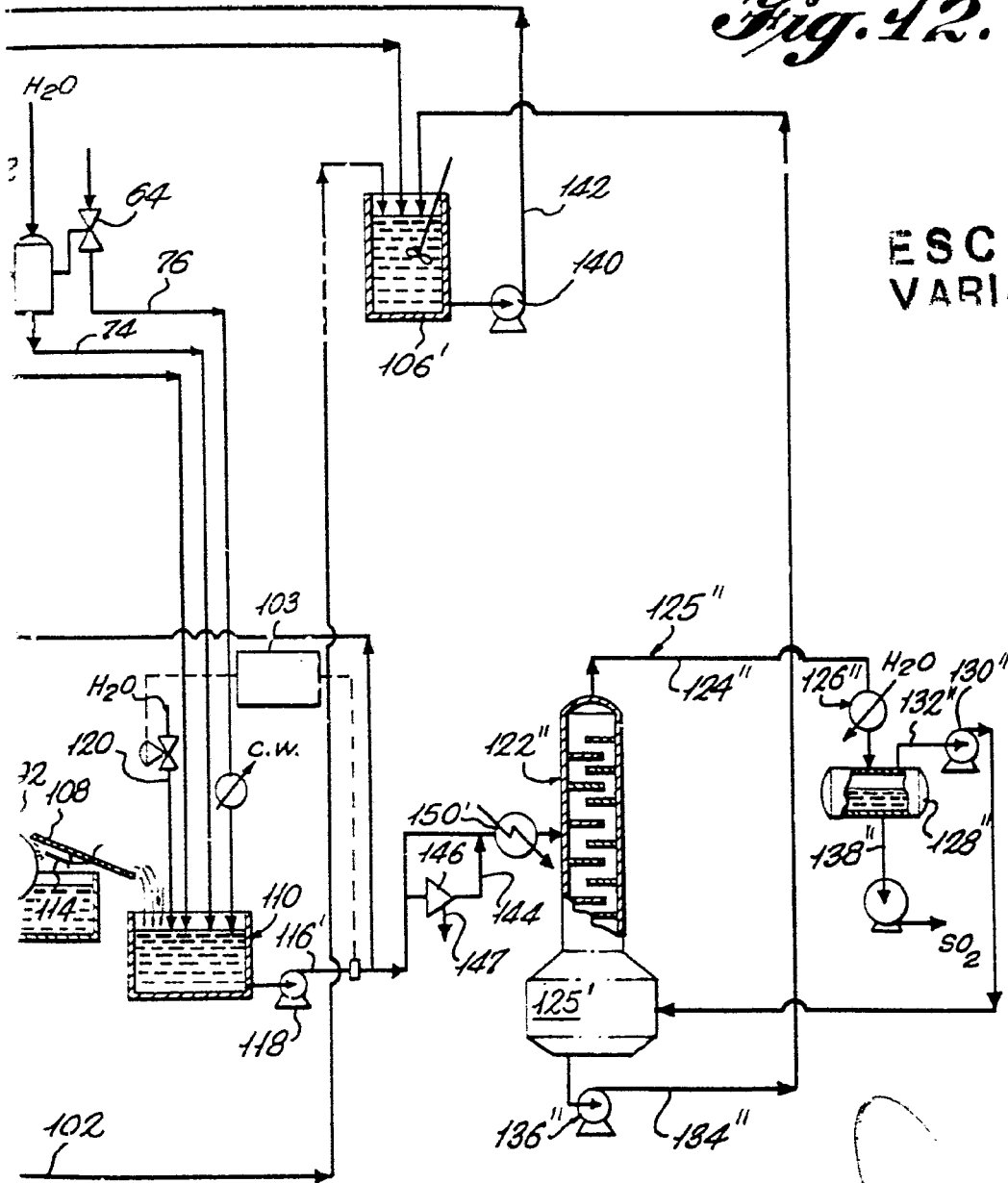




Fig. 42.

ESCALA VARIABLE



22 ABR. 1969  
Madrid  
GÓMEZ ACEBO Y MORÁN  
Firmados: F. Hernández