

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA



19 ES

11	NUMERO	423.150	10 A1
21	FECHA DE PRESENTACION	12.2.74	

P.- 56.690
Re 60 Spa/ih

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
7302076-0	14.2.73	Suecia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	Int. Cl. ² : C01B	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"UN PROCEDIMIENTO Y UN APARATO PARA LA RECUPERACION DE TRIÓXIDO DE ARSENICO A PARTIR DE UN GAS"		
71 SOLICITANTE (S)		
BOLIDEN AKTIEBOLAG		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Sturegatan 22, Estocolmo, Suecia		
72 INVENTOR (ES)	Utz Gerhard Fiedler	
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ		



30

5 La invención se refiere a un procedimiento y un aparato para recuperar trióxido de arsénico a partir de un gas mediante separación por lavado de dicho óxido a partir del gas con un líquido que tenga poder para disolver el trióxido de arsénico. La invención es particularmente aplicable para la recuperación de trióxido de arsénico a partir de gases obtenidos en la tostación de materiales sulfurados que contienen arsénicos, tales como piritas, y la invención tiene por
10 fin mejorar la técnica a fin de evitar la formación de depósitos no deseables en los aparatos utilizados.

15 En la tostación de materiales sulfurados se obtiene un gas de tostación que contiene dióxido de azufre, estando dicho dióxido de azufre más o menos contaminado por otras sustancias volátiles, dependiendo de la calidad del mineral. Un contaminante usual en relación con esto es el trióxido de arsénico. La purificación de gases de tostación a partir de contaminantes gaseosos se hace usualmente por lavado de los
20 gases en un aparato adecuado para este fin y con un líquido de lavado capaz de separar los contaminantes en la proporción deseada.

25 En el caso de que los gases contengan sustancias valiosas que pasan al líquido de lavado, tales sustancias tienen que recuperarse del mismo. Usualmente,

30



5 el líquido de lavado se evapora hasta sobresaturación con relación a la sustancia que se desea recuperar, cristalizando dicha sustancia en una forma sólida y pudiendo ser separada del sistema por medio de un dispositivo de separación adecuado.

10 En relación con la sobresaturación del líquido, sin embargo, en muchos casos es difícil, por no decir imposible, evitar la formación de depósitos no deseables en las paredes interiores del aparato. Estos depósitos se acumulan progresivamente de tal modo que, con el tiempo, hacen que el aparato llegue a ser incapaz de funcionar. Tales problemas se presentan cuando se purifican gases de tostación con respecto a su contenido de trióxido de arsénico. La recuperación de trióxido de arsénico se hace usualmente por evaporación del líquido de lavado procedente del lavado del gas, con separación subsiguiente del trióxido de arsénico precipitado. En funcionamiento continuo, esto da como resultado la formación sucesiva de depósitos muy duros de trióxido de arsénico en el aparato, los cuales son muy difíciles de separar.

20 Se conocen métodos para prevenir la formación de depósitos de este tipo, a partir, por ejemplo, de la memoria descriptiva de la patente alemana 975.974 y de la memoria descriptiva de la patente sueca 306.304.

25



De acuerdo con la memoria descriptiva de la patente alemana 975.974, se conoce la separación primaria de arsénico a partir del gas de tostación por lavado en una torre con ácido sulfúrico concentrado a una temperatura de aproximadamente 100°C. Esto dará también como resultado el enfriamiento del gas de tostación por evaporación de ácido sulfúrico desde aproximadamente 300° a 100°C. Teniendo en cuenta las condiciones de solubilidad del trióxido de arsénico en ácido sulfúrico concentrado a diferentes temperaturas, esto da como resultado riesgos evidentes de deposición de trióxido de arsénico en el aparato. Para contenidos altos de arsénico en el mineral sulfurado tostado, este procedimiento no es realmente adecuado, por dicha razón.

Un perfeccionamiento ulterior de este procedimiento se describe en la memoria descriptiva de la patente sueca 306.304, en la que se ha prestado consideración a las condiciones de solubilidad del trióxido de arsénico en el ácido sulfúrico, en vista de lo cual el procedimiento opera dentro del intervalo de concentraciones de 55 a 66 por ciento en peso de ácido sulfúrico a 100°C, manteniéndose por lo demás un contenido total de trióxido de arsénico en el ácido de lavado tal que los cristales de trióxido de arsénico se mantengan en suspensión en el ácido.



Además, se conoce previamente por la memoria descriptiva de la patente sueca 338.036 el modo de operar con concentraciones de ácido sulfúrico comprendidas entre 1 y 50 por ciento en peso, preferiblemente entre 3 y 35 por ciento en peso.

En estos métodos de la técnica anterior, se utiliza ácido sulfúrico de tal concentración como líquido de lavado, que se establecen exigencias severas sobre los materiales de construcción. De acuerdo con las descripciones de las últimas memorias descriptivas de patente mencionadas, no se forma depósito alguno en el aparato en las condiciones reinantes. Sin embargo, es difícil mantener constantemente tales condiciones operativas que garanticen que no se formen depósitos de arsénico en la evaporación del líquido de lavado que contiene arsénico. Se formarán rápidamente depósitos de trióxido de arsénico como consecuencia de perturbaciones de la operación, los cuales depósitos se acumulan sucesivamente dando como resultado el bloqueo del aparato. Como regla general, esto requiere la interrupción de la operación durante un cierto período de tiempo para la limpieza mecánica del aparato en cuestión, lo cual da como resultado una producción reducida de ácido sulfúrico, óxido de hierro y trióxido de arsénico. Los depósitos formados en el aparato son muy duros y



están fuertemente fijados al aparato. Por consiguiente, la operación de limpieza consume bastante tiempo y, además, es difícil de realizar desde un punto de vista de la higiene industrial, habida cuenta de los problemas relacionados con la formación de polvo fino. Por lo demás, los depósitos separados constituyen un problema en relación con el medio ambiente, dado que es difícil la eliminación del material que no es realmente adecuado para su recirculación a la instalación de evaporación. Otra desventaja de los métodos arriba mencionados es el hecho de que en el lavado del gas se retendrán también otros contaminantes distintos del trióxido de arsénico, los cuales, en su totalidad, contaminarán el producto de trióxido de arsénico recuperado.

La presente invención tiene por finalidad hacer posible la recuperación del trióxido de arsénico al propio tiempo que se evita la corrosión y la formación de depósitos no deseados en el aparato, en el cual la separación por lavado del trióxido de arsénico se hace en un sistema cerrado bajo suministro continuo del gas a purificar. No se forman en absoluto soluciones de desecho que deban sufrir purificación.

La invención está basada en el descubrimiento sorprendente de que una solución insaturada de trióxido de arsénico tiene la posibilidad de disolver con



relativa rapidez los depósitos de trióxido de arsénico
formados en relación con la recuperación del trióxido
de arsénico. Como esto significa que los depósitos de
trióxido de arsenico formados se pueden separar por me-
5 dio de soluciones acuosas, la técnica de la invención
da como resultado la prevención de la corrosión. Ade-
más, es posible conseguir una limpieza tal del aparato
que se deje permanecer sobre las superficies tratadas
un recubrimiento delgado de trióxido de arsénico, inhi-
10 bidor de la corrosión.

Así pues, la invención proporciona un procedi-
miento para la recuperación de trióxido de arsénico a
partir de un gas separando por lavado dicho óxido del
- gas con un líquido que tenga la posibilidad de disol-
15 ver el trióxido de arsénico. El trióxido de arsénico
se recupera de la solución obtenida de este modo por
cristalización a partir de una solución saturada. La
invención se caracteriza por el hecho de que los depó-
sitos no deseados formados en el aparato en relación
20 con la solución saturada se separan por disolución con
una solución no saturada de trióxido de arsénico.

En principio, la separación de trióxido de ar-
sénico por medio de una solución no saturada se puede
llevar a cabo de dos maneras diferentes. Así, en un
25 mismo y único sistema es posible operar alternativamente



5 con solución saturada e insaturada de trióxido de ar-
sénico. Otra manera consiste en llevar a cabo el la-
vado y la cristalización en al menos dos sistemas dis-
puestos en paralelo, haciéndose operar uno de los sis-
temas en condiciones de saturación con relación al tri-
óxido de arsénico, mientras que el otro sistema se ha-
ce operar en condiciones de no saturación, cambiándose
las condiciones operativas de los sistemas a intervalos
de tiempo. Así, en el primer caso el cambio entre la
10 condición saturada y la condición no saturada tiene lu-
gar en dimensión de tiempo, mientras que en el último
caso, utilizando sistemas acoplados en paralelo, el cam-
bio tiene lugar en dimensión de espacio.

15 Una realización particular del procedimiento de
la invención que es generalmente aplicable cuando se se-
paran continuamente contaminantes de un gas por lavado
del gas con un líquido que disuelve dichos contaminan-
tes, está constituida por las etapas de lavar el gas con-
tinuamente en un primer sistema con una solución esen-
20 cialmente saturada de trióxido de arsénico, evaporar
parcialmente en el primer sistema la solución esencial-
mente saturada para producir la precipitación de trió-
xido de arsénico, separar el trióxido de arsénico pre-
cipitado del sistema, lavar continuamente el gas en un
25 segundo sistema con una solución insaturada de trióxido



de arsénico, añadir al segundo sistema un líquido en una cantidad tal que se mantenga la insaturación en la solución, transferir solución insaturada del segundo sistema al primero, y, cuando el trióxido de arsénico ha formado un depósito no deseado en el primer sistema, hacer que dicho sistema trabaje con solución insaturada para disolver el depósito y hacer que trabaje el otro sistema con una solución esencialmente saturada.

La invención proporciona también un aparato para la realización del procedimiento, comprendiendo dicho aparato: al menos dos lavadores 1A, 2A acoplados en paralelo; cristalizadores 6A, 6B y refrigerantes de gas 2A, 2B asociados; un medio de conducción para mantener un sistema de circulación de líquido de lavado para cada lavador; un recipiente común de bombeo 3 dividido en secciones 3A, 3B, una sección para cada sistema de circulación; medios de conducción 8 y medios de conmutación 10A, 10B para hacer pasar el líquido condensado en los refrigerantes de gas 2A, 2B a la sección o secciones 3A que contienen solución saturada, y medios 12 para transferir solución desde la sección o secciones 3A mencionadas en último lugar a la sección 3B que contiene solución saturada.

La presente invención resuelve automáticamente los problemas ambientales relacionados con la técnica

anterior, habida cuenta del hecho de que la invención opera con un sistema cerrado de tal manera que la cantidad de soluciones residuales o de desecho se reduce a un mínimo. Además, la invención da como resultado un ahorro económico esencial, ya que mediante el empleo de la técnica de la invención no es necesario parar la instalación durante un período de tiempo más largo para la separación de los depósitos formados. Además del ahorro económico, se consiguen condiciones de higiene industrial mejoradas, dado que los depósitos formados en el aparato ya no precisan ser separados a mano de una manera engorrosa y que consume mucho tiempo. Una ventaja económica adicional reside en una mayor producción, habida cuenta del hecho de que el procedimiento de la invención permite una operación continua, que, sobre todo, da como resultado una producción más uniforme y mayor de ácido sulfúrico.

La invención se ilustrará ahora con mayor detalle en relación con los dibujos del apéndice, los cuales muestran en forma de diagrama tres instalaciones diferentes para la aplicación de la técnica de la presente invención.

Así, la Fig. 1 muestra un sistema simple para la recuperación de trióxido de arsénico a partir de un gas caliente que tiene una temperatura de, por ejemplo, 300 a 500°C, mientras que la Fig. 2 muestra un sistema



30

modificado en relación con el de la Fig. 1 y que contiene un depósito de reserva suplementario. La Fig. 3 muestra una instalación que contiene dos sistemas acoplados en paralelo. En las figuras de los distintos dibujos, los mismos números de referencia corresponden a los mismos detalles de la instalación.

En las realizaciones que se describirán a continuación, se hace referencia a la recuperación de trióxido de arsénico a partir de gases calientes ricos en dióxido de azufre, obtenidos por tostación de piritas. El gas tiene un nivel de temperatura de 350 a 400°C y contiene, además de trióxido de arsénico, también polvo fino de óxido de hierro, trióxido de azufre y ciertos otros contaminantes.

La instalación que se muestra en la Fig. 1 contiene un lavador o dispositivo de lavado 1, en el que el gas caliente se pone en contacto con líquido de lavado circulante. El gas lavado, que está ahora caliente y húmedo, se transfiere a un refrigerante de gas 2, en el cual el gas, de una manera que no se muestra en detalle, se enfría en tanto que se condensa el vapor de agua existente en el mismo. La instalación incluye también un cristalizador 6, en el que se recupera trióxido de arsénico, un recipiente de bombeo 3, una bomba de circulación 4 y un depósito de regulación A para solución de

25



5 trióxido de arsénico. El líquido de lavado se distribuye en el lavador 1 por medio de un distribuidor 5, y para tratar el líquido de lavado transferido desde el recipiente de bombeo 3 al depósito A se provee un filtro-prensa 7 para la separación del lodo presente en el líquido de lavado.

10 Cuando se utiliza el sistema de acuerdo con la Figura 1, se supone que el aparato inicialmente está perfectamente limpio y exento de depósitos de trióxido de arsénico. Además, se supone que el depósito de regulación A está completamente lleno con solución no saturada de trióxido de arsénico. Cuando se pone en marcha el procedimiento, el líquido de lavado que circula por el circuito 1, 6, 3, 4, 5 se evaporará en el lavador 1 por la acción del calor suministrado con el gas caliente. El agua vaporizada de este modo se transfiere junto con el gas lavado al refrigerante de gas 2, en el que la mayor parte del vapor de agua se condensa por enfriamiento indirecto con un medio de refrigeración adecuado. El vapor de agua restante acompaña al gas enfriado que se descarga, el cual sigue su camino hacia su aplicación deseada. En esta operación, la cantidad total de condensado se descarga a la salida o recipiente como corriente M1. Con el fin de compensar la pérdida de agua en el lavador 1, se suministra solución que

15

20

25



contiene trióxido de arsénico desde el depósito de regulación A al recipiente de bombeo 3 como corriente M2.

5 El resultado de este modo de operación será que la evaporación de agua pura se compensa con la solución acuosa de trióxido de arsénico, siendo el resultado una evaporación continuada seguida por cristalización de trióxido de arsénico. El trióxido de arsénico se obtendrá en el cristalizador 6 por procedimientos de cristalización convencionales, lo cual se ilustra con mayor detalle a continuación.

10

Cuando el contenido del depósito de regulación A se ha consumido, puede transcurrir la operación en condiciones saturadas sin otro suministro de trióxido de arsénico al sistema que el proporcionado con el gas de tostación caliente. En estas condiciones, puede ser ventajoso recircular el condensado del refrigerante de gas 2 al recipiente de bombeo 3 como corriente M3, con lo cual se interrumpiría la corriente M1. En caso requerido, se añade agua de nuevo aporte al recipiente de bombeo 3 como corriente O1 para reemplazar el agua evaporada.

15

20

Como ahora se opera en condiciones saturadas y con cristalización de trióxido de arsénico, se formarán en el aparato depósitos de trióxido de arsénico, y una vez que estos depósitos han alcanzado una cierta

25



cantidad se conmuta el sistema, haciéndolo operar en condiciones de insaturación. Esto puede hacerse en cualquier momento con tal que el nivel del depósito de regulación A no sea demasiado alto. No obstante, no es en absoluto imprescindible que el depósito de regulación A esté completamente vacío cuando se comience la operación en condiciones de insaturación.

5

Cuando se pasa a la operación insaturada, se interrumpen las corrientes M1 y M2, al mismo tiempo que se mantiene la corriente M3. Con el fin de realizar el lavado de los depósitos de trióxido de arsénico en el sistema de circulación 1, 6, 3, 4, 5, se suministran ahora grandes cantidades de agua de nuevo aporte al recipiente de bombeo 3 mediante la corriente O1. El agua de nuevo aporte suministrada da como resultado la dilución del líquido de lavado circulante de tal modo que se aumenta el nivel en el recipiente de bombeo 3. Para contrarrestar este aumento del nivel, se retiran, por consiguiente, grandes cantidades de líquido de lavado continuamente desde el recipiente de bombeo 3 al depósito de regulación A, lo cual tiene lugar a través del filtro-prensa 7 como corriente O2. Esto dará como resultado la separación de solución de trióxido de arsénico del sistema y su reemplazamiento por agua pura. En esta circulación continua de solución insaturada de tri-

10

15

20

25

30



5 óxido de arsénico, que se puede considerar como una elu-
ción con agua de nuevo aporte, se producirá la separa-
ción por lavado del trióxido de arsénico contenido en
el gas caliente así como de los depósitos existentes
en el aparato, que caracteriza a la operación en condi-
ciones de insaturación. El trióxido de arsénico se trans-
ferirá al depósito de regulación A en forma de una solu-
ción acuosa diluida, al mismo tiempo que cesa la recu-
peración de arsénico en el cristalizador 6.

10 Cuando se ha alcanzado la separación deseada de
los depósitos de trióxido de arsénico por lavado, se in-
terrompen las corrientes O1 y O2, lo que da como resul-
tado la renovación de la operación en condiciones satu-
radas. Esto significa que la solución diluida de trióxido
15 de arsénico transferida al depósito de regulación
A se puede tratar para obtener un trióxido de arsénico
como producto en condiciones de operación saturadas. La
operación se puede conmutar después a operación insatu-
rada, y pueden realizarse cambios repetidos entre las
20 formas diferentes de operación cualquier número de ve-
ces.

Por razones de protección del medio ambiente, y
con relación al depósito de regulación A, han de cumplir-
se serios requisitos en lo que se refiere a disponibi-
25 lidad y seguridad. Las consecuencias de una interrupción



del servicio del depósito de regulación A durante un periodo en el que la operación no puede interrumpirse por otras razones, pueden ser graves. Por esta razón, puede ser ventajoso desde un punto de vista práctico disponer un depósito auxiliar para suplementar el depósito A.

Además, con relación al aspecto de la protección ambiental debe observarse que el condensado descargado como corriente M1 a un colector de aguas residuales tiene que someterse a purificación química antes que pueda permitirse su descarga. Si este condensado pudiera utilizarse en mayor o menor proporción para el lavado de los depósitos de trióxido de arsénico en la operación insaturada, se obtendrían así ciertas economías en el coste. Con respecto a la cantidad de condensado utilizada en el sistema de este modo, se evita la purificación química y simultáneamente el coste del agua correspondiente. Para llevar a la práctica tal utilización del condensado, éste puede transferirse al depósito de regulación A, pero esto redundaría en una disminución del contenido de arsénico, lo cual, a su vez, da como resultado una capacidad de recuperación reducida.

Para superar los inconvenientes de los puntos de vista que anteceden, se ha desarrollado un sistema



en conformidad con la Fig. 2, que utiliza dos depósitos de regulación A y B. En otros aspectos, el sistema corresponde a lo indicado en la Fig. 1. En el funcionamiento de la instalación de acuerdo con la Fig. 2, se supone que el depósito de regulación A está inicialmente
5 lleno, mientras que el depósito de regulación B está vacío. El líquido de lavado que circula por el circuito del lavador 1, 6, 3, 4, 5 se evapora utilizando el calor proporcionado con el gas caliente. El condensado procedente del refrigerante de gas 2 se suministra al depósito de regulación B como corriente M1. Con objeto de compensar las pérdidas de agua producidas en el lavador 1, se suministra solución que contiene trióxido de arsénico procedente del depósito de regulación A al recipiente de bombeo 3 como corriente M2. Como en el caso anterior, la recuperación de trióxido de arsénico tiene lugar en el cristizador 6. Como consecuencia de la separación de agua junto con el gas refrigerado descargado, la suma de las cantidades de agua en los depósitos de regulación A y B disminuirá. Esto se puede compensar mediante el suministro de solución de arsénico al depósito de regulación A como corriente O5 o mediante el suministro de agua de nuevo aporte directamente al circuito de circulación o al depósito de regulación B como corriente
10
15
20
25 O4.



30 MAR

5 Si el depósito de regulación A se vacía sin que los depósitos de arsénico en el lavador 1 hayan alcanzado una proporción tal que se haga necesaria su separación por lavado, puede hacerse la conmutación a la operación saturada interrumpiendo el funcionamiento de los depósitos A y B. En relación con esto, se interrumpen las corrientes M1 y M2 al mismo tiempo que se suministra directamente el condensado procedente del refrigerante de gas 2 al recipiente de bombeo 3 como corriente M3. Las posibles pérdidas de agua además de lo anterior en el sistema de circulación, se compensan con agua de nuevo aporte. La recuperación de trióxido de arsénico estará limitada en este caso a la cantidad suministrada con el gas caliente.

15 Cuando se hace la conmutación a las condiciones de operación insaturada, se mantiene la corriente M3 al mismo tiempo que se transfieren grandes cantidades de condensado desde el depósito de regulación B al recipiente de bombeo 3 como corriente O3. El exceso existente en el recipiente de bombeo 3 se transfiere, pasando por el filtro-prensa 7, al depósito de regulación A como corriente O2, mientras que se separa el lodo. Durante este período de separación por lavado de los depósitos de trióxido de arsénico formados, la recuperación del trióxido de arsénico está completamente interrumpida.



El líquido transferido sucesivamente desde el depósito de regulación A al depósito de regulación B durante el período precedente de condiciones de operación saturadas, se hace volver ahora al depósito de regulación A en la operación insaturada. En caso de déficit de líquido, se suministra al circuito de lavado agua de nuevo aporte. Cuando se ha finalizado la separación por lavado de los depósitos de trióxido de arsénico, se efectúa la conmutación a las condiciones de operación saturada de acuerdo con la descripción previa.

Cuando los depósitos de regulación A y B, con exclusión del volumen de líquido de regulación adicional necesario se llenan juntamente hasta aproximadamente la mitad de su volumen en condiciones de operación normales, existen posibilidades satisfactorias, en el caso de fallo de uno de los depósitos de regulación, de transferir su contenido de líquido al otro depósito de regulación. En estas condiciones, la recuperación del trióxido de arsénico puede mantenerse en tanto que se utilice la técnica descrita en relación con la Fig. 1, esto es, una descarga relativamente grande de condensado y una cierta transferencia de solución de trióxido de arsénico al depósito, si la cantidad total de condensado no puede tratarse químicamente y descargarse en el colector de aguas residuales. Tal transferencia entre



los depósitos de regulación se indica en la Fig. 2 con la conducción "rebose".

En relación con las Figs. 1 y 2 anteriores, se han descrito sistemas de lavador único, en los cuales la operación se realiza alternativamente en condiciones saturadas o insaturadas, respectivamente. En relación con la Fig. 3, se describirá una instalación que tiene dos sistemas de lavador acoplados en paralelo, uno de los cuales opera en condiciones saturadas, mientras que el otro opera en condiciones insaturadas. Asimismo, en esta figura se han indicado las diferentes unidades de la instalación con los mismos números de referencia que las unidades correspondientes de las Figs. 1 y 2.

De acuerdo con el dibujo de la Fig. 3, la instalación que se muestra comprende un sistema A y un sistema B. En el estado inicial supuesto, el gas caliente suministrado se divide por mitades a cada uno de los lavadores 1A y 1B. En estos lavadores, se lava el gas como se ha indicado previamente, y el líquido de lavado se transfiere a los cristalizadores 6A y 6B, respectivamente, en los cuales se deja sedimentar el trióxido de arsénico cristalizado. Desde los cristalizadores, el líquido claro que contiene trióxido de arsénico disuelto se hace pasar al recipiente de bombeo 3A, 3B, el cual está dividido por medio de una pared de se-



paración 12 en dos secciones (A y B, respectivamente). Como en los casos anteriores, el gas húmedo y caliente lavado se hace pasar a refrigerantes de gas 2A, 2B, y los condensados de los mismos, opcionalmente junto con agua de nuevo aporte añadida, se llevan juntos a una conducción común 8, desde la cual se puede suministrar el líquido a las secciones del recipiente de bombeo a través de válvulas 10A, 10B. La pared de separación 12 del recipiente de bombeo hace posible que el exceso de líquido en una de las secciones compense un déficit en la otra sección.

En estas condiciones, se pueden concebir dos condiciones de operación. En una primera condición de operación, la válvula 10A está abierta y la válvula 10B está cerrada, y en otra condición de operación la válvula 10A está cerrada y la válvula 10B está abierta. Supóngase ahora que la primera de estas condiciones de operación es la reinante. La evaporación de líquido de lavado en los lavadores 1A y 1B es la misma, teniendo en cuenta que el suministro de gas es el mismo. Como consecuencia de las posiciones indicadas de las válvulas 10A y 10B, el agua condensada en los refrigerantes de gas 2A y 2B, opcionalmente junto con agua de nuevo aporte suministrada, irá a parar, no obstante, solamente a la sección 3A del recipiente de bombeo 3. Así, la

30 MAR



sección 3B no recibe compensación alguna del agua evap-
porada. Esto da como resultado un nivel sucesivamente
creciente en la sección 3A, hasta que se produce re-
bosamiento por encima de la pared de separación 12
5 hacia la sección 3B. La cantidad de líquido que pasa
desde la sección 3A a la sección 3B corresponde a la
evaporación en el lavador 1B. El resultado de esto es
que los compuestos disueltos presentes en el líquido
de lavado de la sección 3A se transfieren con el lí-
10 quido de lavado a la sección 3B. Con la transferencia
continua de este modo de los compuestos disueltos
desde la sección 3A a la sección 3B, el nivel de con-
centración de la sección 3B y por tanto también del
sistema B aumentarán sucesivamente hasta que se alcan-
15 ce el nivel de saturación, después de lo cual el su-
ministro continuado de sustancias disueltas dará como
resultado la cristalización en el sistema B. Teniendo
en cuenta el hecho de que las sustancias disueltas en
el líquido se transfieren desde el sistema A al sis-
20 tema B de esta manera, la solución del sistema A per-
manecerá insaturada, mientras que el líquido del sis-
tema B estará siempre saturado al cabo de algún tiem-
po de operación.

Así, de este modo la totalidad del trióxido de
25 arsénico suministrado con el gas caliente a los lava-



dores 1A y 1B se recuperará en el sistema B. Por cristalización en el cristizador 6B, se separará una cantidad correspondiente a la producción de cristales. Esta primera condición de operación se caracteriza, por
5 consiguiente, por el hecho de que todas las partes del aparato del sistema A que permanecen en contacto con líquido están en contacto directo con una solución insaturada de trióxido de arsénico que no puede ser causa de cristalización y formación de depósitos en el
10 aparato. En esta condición de operación, el sistema B recibirá la totalidad del trióxido de arsénico suministrado. Normalmente, esto da como resultado una cierta formación de cristales en la superficie interior del aparato que permanece en contacto directo con la solución saturada del sistema B. Con el fin de evitar
15 que este depósito llegue a ser demasiado grueso y de evitar la interrupción por esta causa de la operación para la limpieza del aparato, es necesario que las partes en contacto con el líquido se pongan en contacto con la solución insaturada durante un período de tiempo
20 tal que los depósitos no deseables tengan tiempo de disolverse. Así, por conmutación a la otra condición de operación, esto es, mediante cierre de la válvula 10A y apertura de la válvula 10B, se obtendrá tal condición en el sistema B. El rebosamiento por encima de
25



la pared de separación 12 en el recipiente de bombeo 3
tendrá lugar ahora en la dirección opuesta, es decir,
desde la sección 3B a la sección 3A, y análogamente al
caso del sistema B en la primera condición de opera-
5 ción, la separación de producto tendrá lugar ahora en
el cristalizador 6A del sistema A, dado que este siste-
ma operará ahora con solución saturada. La conmutación
entre el sistema saturado y el insaturado puede hacer-
se dependiendo del grado de formación de depósitos en
10 los sistemas respectivos. Esto permite también el con-
trol del grado de disolución de los depósitos, y pue-
sto que los depósitos dan como resultado un cierto efec-
to protector de la corrosión, es deseable dejar una
parte de los depósitos sobre las superficies del apa-
15 rato que están en contacto con el líquido, lo cual es
posible por el procedimiento de la invención. Debe ob-
servarse también que puede mantenerse la continuidad
de la operación durante los períodos de conmutación,
ya que se puede mantener constantemente el suministro
20 de gas a ambos sistemas.

La instalación descrita en relación con la Fig.
3 contiene dos sistemas paralelos, pero no hay obstá-
culo alguno que se oponga a la conexión de más de dos
sistemas paralelos al recipiente de bombeo. En este
25 caso, es adecuado hacer operar un sistema con solución



saturada, mientras que los otros se hacen operar con soluciones insaturadas.

En los cristalizadores 6A y 6B (Fig. 3), una masa de cristal flotante está siempre en contacto con solución sobresaturada. Teniendo en cuenta el hecho de que el trióxido de arsénico cristaliza de un modo relativamente lento de la solución, se puede controlar fácilmente el curso de la cristalización a fin de adaptar las características del producto al empleo deseado del mismo. El procedimiento de la invención da como resultado ventajas prácticas esenciales. Habida cuenta del hecho de que los depósitos de trióxido de arsénico formados pueden separarse fácilmente de la manera arriba indicada, se puede suministrar continuamente el gas caliente al sistema, con lo cual la instalación adquiere mayor capacidad. Como la técnica de la invención hace posible el empleo de agua como líquido de lavado, el sulfato de hierro presente se puede separar más fácilmente que en la técnica anterior que utilizaba ácido sulfúrico como líquido de lavado, ya que existe una gran diferencia de solubilidad entre el trióxido de arsénico y los sulfatos de hierro en el agua. Otra ventaja de la invención, cuando se aplica a varios circuitos conectados en paralelo, por ejemplo en conformidad con la Fig. 3, es el hecho de que el



5 producto, trióxido de arsénico, se puede obtener con alta pureza, dado que en el circuito o circuitos insaturados las sustancias extrañas capaces de sedimentarse se pueden separar en el cristalizador o cristalizadores correspondientes. Cuanto mayor es el número de sistemas conectados en paralelo que están presentes en la instalación, tanto más puro es el producto de trióxido de arsénico obtenido. En relación con esto, debe tenerse en cuenta, como se ha indicado previamente, que la realización de acuerdo con la Fig. 3 que tiene dos o más circuitos conectados en paralelo es aplicable en todos los procedimientos en los que se desee separar continuamente una sustancia de un gas por lavado del gas con un líquido que disuelva la sustancia.

15 Diversos equivalentes y modificaciones serán evidentes para los expertos en la técnica y pueden realizarse en los procedimientos y en los aparatos de la presente invención, y por consiguiente debe entenderse que la invención estará limitada únicamente por el alcance de las reivindicaciones del apéndice.

20 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Suecia, el 14 de Febrero 1973, bajo el Nº 7302076-0, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva, que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-
tente de Invención en España, por VEINTE años, son los
que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento para la recuperación de
trióxido de arsénico a partir de un gas separando por
lavado dicho óxido del gas con un líquido que tenga la
facultad de disolver el trióxido de arsénico, recuperán-
dose dicho óxido de la solución del mismo obtenida por
15 cristalización a partir de una solución saturada, carac-
terizado por el hecho de que se separan depósitos no
deseables existentes en el aparato formados en conexión
con la solución saturada por disolución con una solu-
ción insaturada de trióxido de arsénico en un sistema
20 cerrado y con suministro continuo del gas.

20 2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivin-
dicación 1ª, caracterizado por el hecho de que se opera
en un mismo y único sistema de recuperación con solu-
ción saturada e insaturada de trióxido de arsénico al-
ternativamente.

25 3ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivin-
dicación 1ª, caracterizado por el hecho de que la sepa-





1974

5 ración por lavado y la cristalización se llevan a cabo en al menos dos sistemas que se hacen operar en paralelo, haciéndose operar uno de los sistemas en condiciones de saturación con respecto al trióxido de arsénico, mientras que el otro sistema se hace operar en condiciones insaturadas, cambiándose las condiciones de operación de los sistemas con intervalos de tiempo a fin de prevenir una acumulación excesiva de depósitos de trióxido de arsénico.

10 4ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3ª, caracterizado por el hecho de que se lava el gas continuamente en un primer sistema con una solución esencialmente saturada de trióxido de arsénico, evaporándose parcialmente en el primer sistema la solución esencialmente saturada para obtener la precipitación de trióxido de arsénico, separándose el trióxido de arsénico precipitado del sistema, lavándose continuamente el gas en un segundo sistema con una solución insaturada de trióxido de arsénico, añadiéndose al segundo sistema líquido en una cantidad tal que se mantenga la insaturación en la solución, transfiriéndose solución insaturada del segundo sistema al primer sistema, y, cuando el trióxido de arsénico ha formado un depósito indeseable en el primer sistema, haciéndose operar dicho sistema con solución insaturada para disolver el depósito y haciéndose operar el segundo sistema con una solución

15

20

25





esencialmente saturada.

5 5ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la disolución de los depósitos indeseables se hace avanzar sólo lo necesario para dejar una capa protectora contra la corrosión.

10 6ª.- Un aparato para la realización del procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3ª, 4ª ó 5ª para la recuperación de trióxido de arsénico, recuperándose dicho óxido a partir de la solución obtenida del mismo por cristalización a partir de una solución saturada, que comprende al menos dos lavadores (1A; 2A) acoplados en paralelo, cristalizadores (6A; 6B) y refrigerantes de gas (2A; 2B) asociados, y medios de conducción para mantener un sistema de circulación de líquido de lavado para cada lavador, un recipiente de bombeo común (3) dividido en secciones (3A; 3B), una sección para cada sistema de circulación, medios de conducción (8) y medios de conmutación (10A; 10B) para hacer pasar líquido condensado en los refrigerantes de gas (2A; 2B) a la sección o secciones (3A) que contienen solución saturada, y medios (12) para transferir solución desde la sección o secciones (3A) mencionadas en último lugar a la sección (3B) que contiene solución saturada.

25 7ª.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación





6ª, caracterizado por el hecho de que dichos medios de transferencia consisten en paredes de separación (12) dispuestas entre las secciones (3A; 3B), las cuales actúan como rebosaderos en ambas direcciones.

5 8ª.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 6ª ó 7ª, caracterizado por el hecho de que dichos medios de conmutación consisten en válvulas que pueden abrirse y cerrarse (10A; 10B), respectivamente, por las cuales el líquido condensado en los refrigerantes de gas (2A; 2B) se puede hacer pasar a la sección o secciones (3A), que contienen solución insaturada.

10

9ª.- Un procedimiento y un aparato para la recuperación de trióxido de arsenico a partir de un gas.

15

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

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

Madrid,

12 MAR. 1976

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Fern.

9-3-76
VGD.

LEYENDAS DE LOS DIBUJOS

FIGURA 1

- 5 A.- Gases calientes
 B.- Producto
 C.- Lodo
 D.- Depósito A
 E.- Gases húmedos calientes
 F.- Gases húmedos enfriados
10 G.- Condensado
 H.- Al recipiente

FIGURA 2

- 15 I.- Gases calientes
 J.- Producto
 K.- Lodo
 L.- Suministro como solución
 M.- Depósito A
 N.- Rebose
20 O.- Gases húmedos calientes
 P.- Gases húmedos enfriados
 Q.- Suministro de agua
 R.- Depósito B

25 FIGURA 3

S.- Gases calientes
T.- Producto
U.- Gases húmedos calientes
V.- Gases húmedos enfriados
5 W.- Condensado
X.- Gases calientes
Y.- Producto
Z.- Gases húmedos calientes
A'.- Gases húmedos enfriados
10 B'.- Condensado
C'.- Agua de nueva aportación.

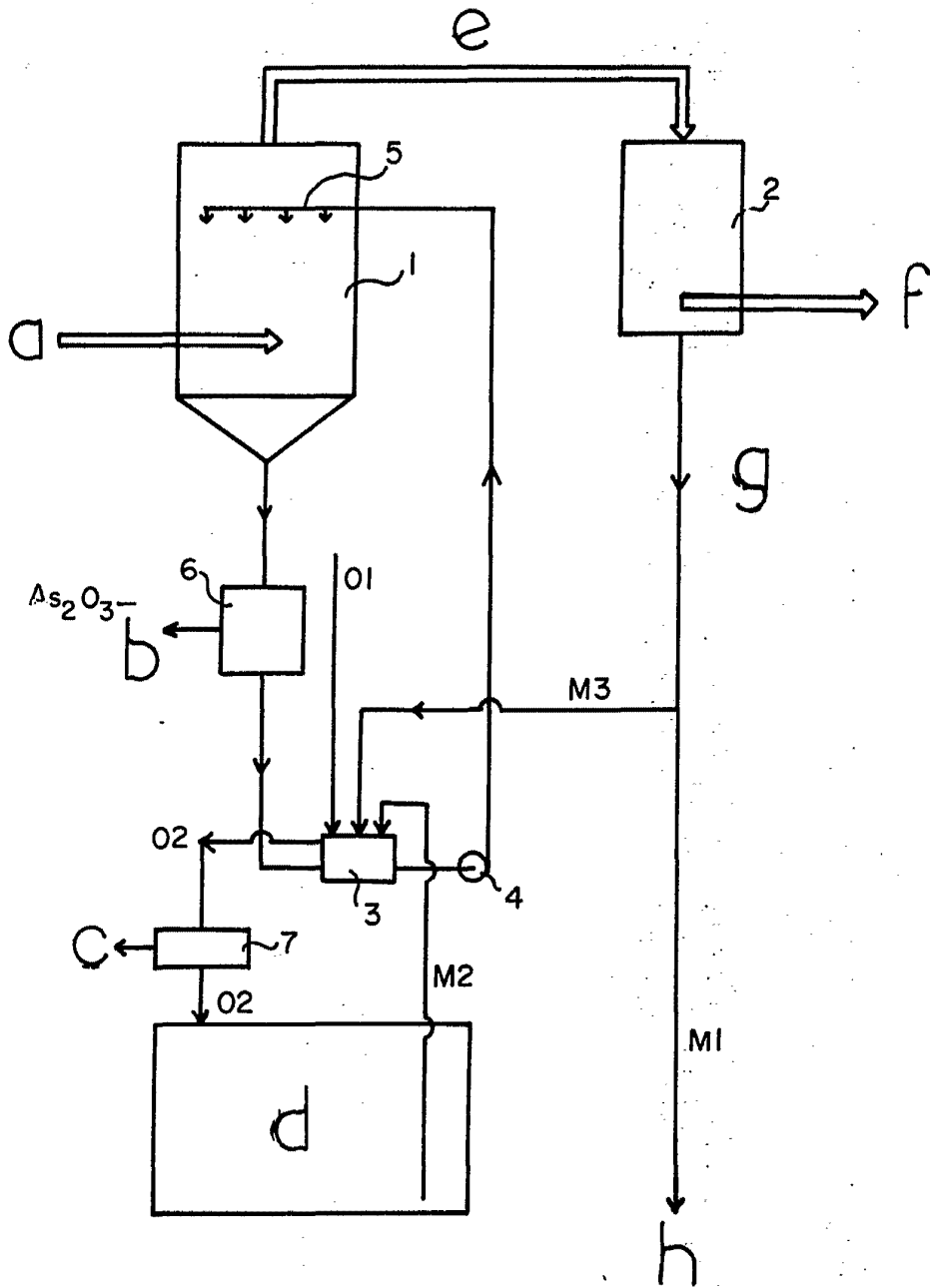


FIG. I

Fernando de Eizaburu
Por Poder.

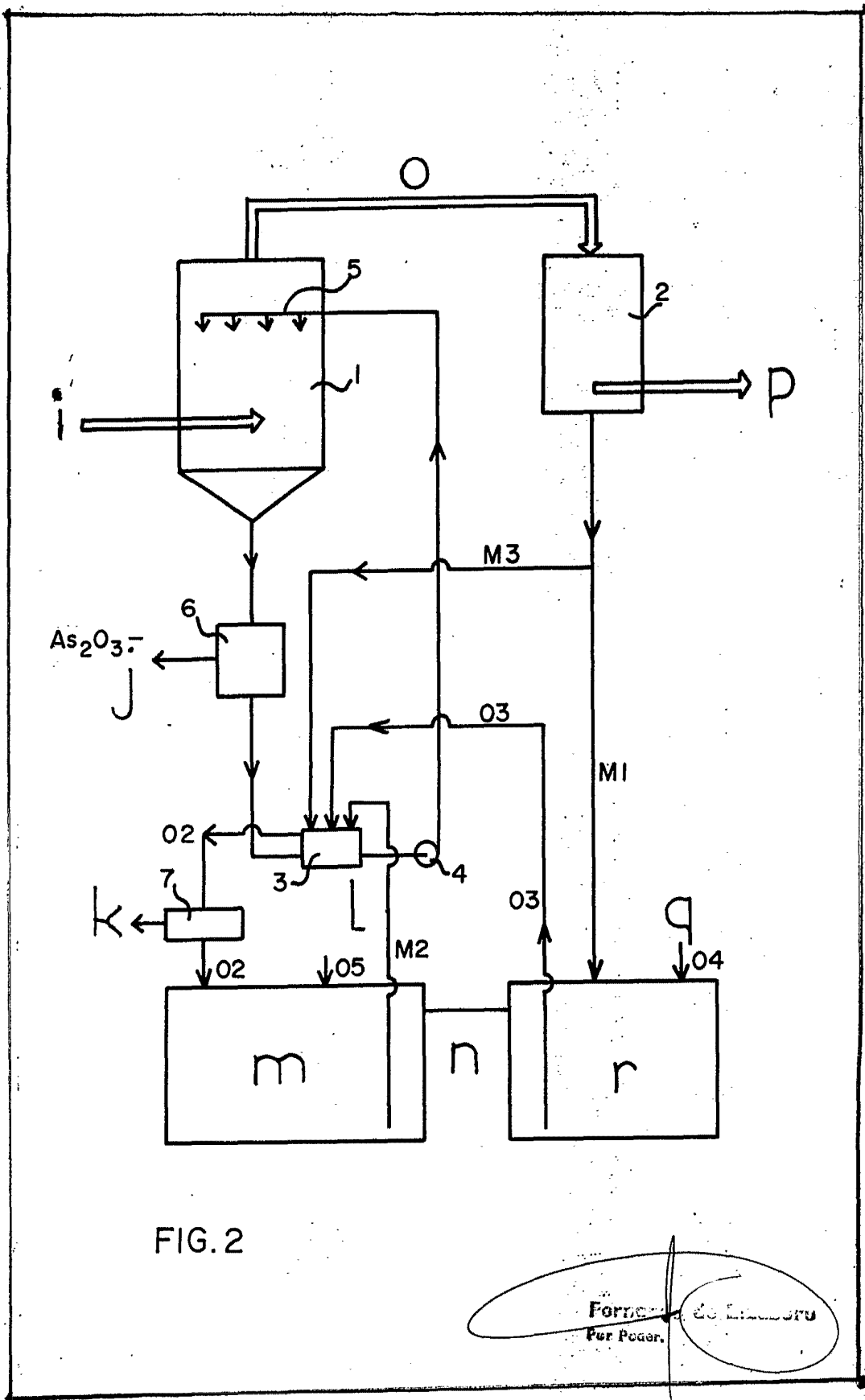


FIG. 2

Forner & Co. Ingeniörer
För Pöster.

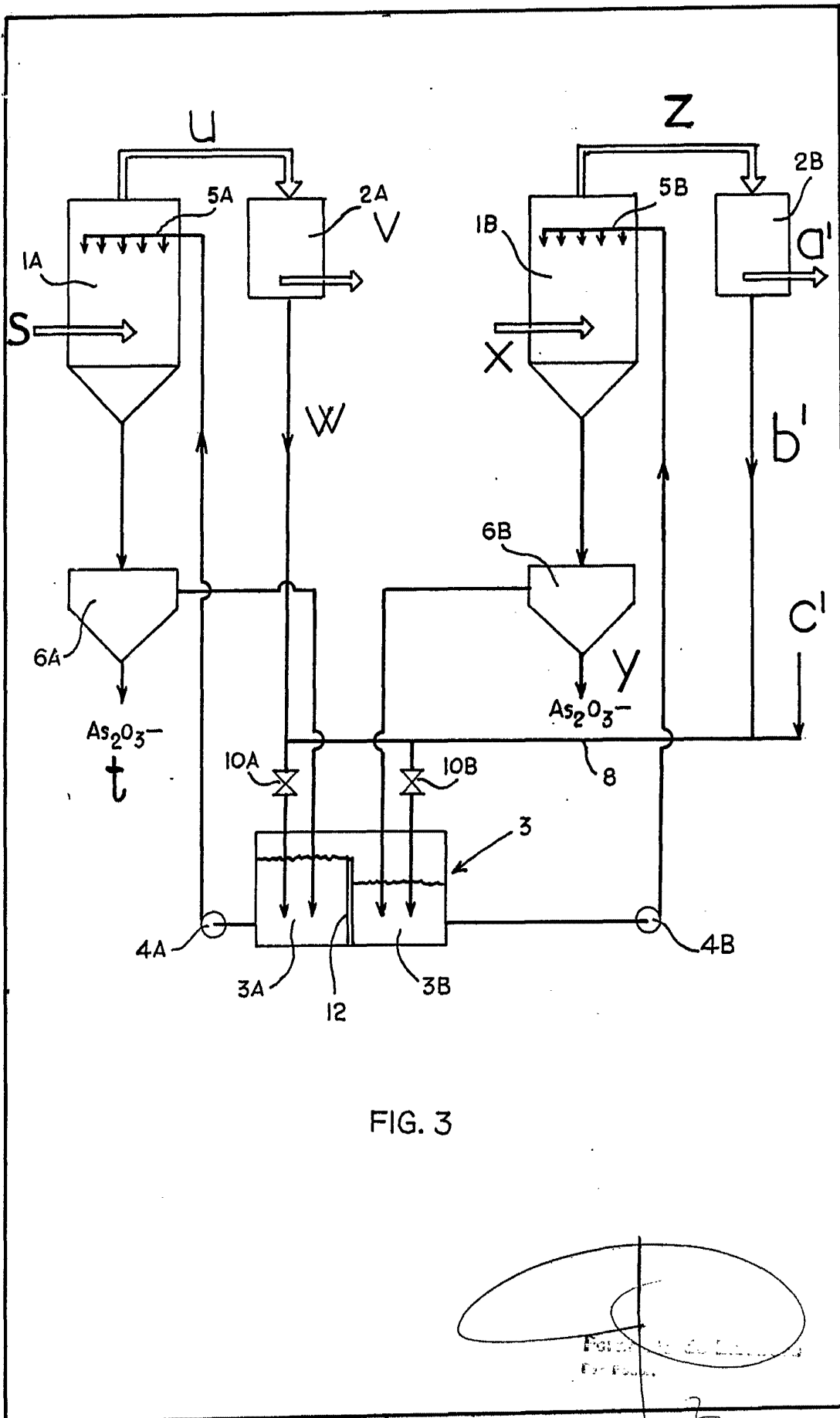


FIG. 3

Patent Application
For Foreign Countries