

30 APR 1974
PATENTE DE INVENCION

Order letter No. 1580.



C 01 B

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE DISULFURO
DE CARBONO.

Solicitante: FMC CORPORATION, entidad norteamericana, residente en
633 Third Avenue, New York, New York 10017, EE.UU. de A.

5 Esta invención se relaciona con un procedimiento
continuo para la producción de disulfuro de carbono por reac-
ción del azufre y un gas hidrocarbonado que contiene un hi-
drocarburo de múltiples carbonos que posee por lo menos tres
átomos de carbono, a una presión de 3,5 a 12 atmósferas.



La reacción entre hidrocarburos y azufre, para producir disulfuro de carbono, ya es bien conocida y se describe, por ejemplo, en Encyclopedia of Chemical Technology de Kirk-Othmer (segunda edición) Vol. 4 páginas 376-380 (y referencias citadas en la misma) así como en numerosas patentes, tales como las Patentes USA Nos. 2.568.121; 2.636.810; 2.661.267; 2.708.154; 2.857.250; 2.882.130; 2.882.131; 3.087.788, las cuales son solamente unas cuantas de las muchas patentes que tratan este objeto.

Para evitar la producción de impurezas, tales como alquitranes que pueden taponar el reactor y contaminar el producto o el azufre sin reaccionar recuperado, se ha utilizado normalmente metano de alta pureza y se ha intentado reducir al mínimo el contenido en hidrocarburos superiores. Por consiguiente, se ha descrito que la mezcla no catalítica de vapor de azufre y gas hidrocarbonado conteniendo proporciones sustanciales de hidrocarburos superiores, causa una reacción térmica indeseable para producir productos de polimerización y condensación. Así, en la página 378 de la citada Encyclopedia of Chemical Technology, se describe un procedimiento que comprende "mezclar las corrientes de vapor de azufre y metano precalentado y pasar la mezcla a través de un supercalentador antes de que se introduzca en la reacción (catalítica)", teniendo lugar la reacción principal en presencia del catalizador. A la hora de explicar este proceso, la citada Enciclopedia establece:

"Este procedimiento impone un límite superior sobre las cantidades de otros hidrocarburos, tales como propano o más pesados, en la alimentación de metano. Si están presentes en otras cantidades, estos hidrocarburos de peso molecular superior, que son más reactivos que el metano bajo estas condiciones, reaccionarán térmicamente con el azufre en el superca-



lentador, para producir productos de polimerización y condensación...".

En la literatura de patentes ya se ha descrito el efecto de que algunos de los hidrocarburos superiores pueden reaccionar de forma no catalítica con el vapor de azufre. Así, la Patente Británica No. 939.209 describe un procedimiento que utiliza una alimentación de hidrocarburos que contiene por lo menos 5 átomos de carbono en la molécula, empleando una temperatura de reacción de como mínimo 750°C, tal como 900 ó 1000°C, a presión atmosférica. El empleo de tales temperaturas de reacción elevadas requiere materiales de construcción especiales resistentes a estas temperaturas. De este modo, ya se conoce que los aceros inoxidable ordinarios poseen una corta vida a temperaturas superiores, por ejemplo, a 750°C, en presencia de compuestos de azufre. Por otra parte, la operación a la presión atmosférica proporciona una considerable dificultad en la recuperación de los productos de la reacción (como en la etapa de condensación del disulfuro de carbono de la mezcla de reacción) e incrementa el tamaño del reactor necesario. Otra descripción de un proceso no catalítico, en la Patente USA No. 3.436.181, utiliza hidrocarburos olefínicos o diolefínicos y establece que los resultados son "contrarios a los que podría esperarse de los resultados de la reacción bien conocida de azufre o hidrocarburos parafínicos superiores a C₂..."; véase también la Patente USA No. 3.699.215. Otra patente, la británica No. 1.173.344, emplea una alimentación hidrocarbonada en la cual el propano constituye por lo menos el 50 % en peso e ilustra la operación a presión atmosférica.

De acuerdo con la presente invención, los hidrocarburos superiores, solos o en mezcla, pueden hacerse reaccionar



5 con vapor de azufre a presiones superiores a 3,5 atmósferas
(es decir, superiores a $2,6 \text{ kg/cm}^2$ relativos aproximadamente
o superiores a 2.700 ó 3.000 mm de Hg absolutos aproximadamen-
te) para producir disulfuro de carbono en altos rendimientos
con muy pocos subproductos indeseables, poniendo en contacto
entre sí, de forma continua, en una zona de reacción, una co-
rriente de vapor de azufre que tiene una temperatura de por
lo menos 650°C (y preferiblemente por debajo de unos 750°C)
y una corriente de gas que comprende el hidrocarburo superior.
10 Las temperaturas de alimentación y las velocidades de flujo
del vapor de azufre y gas hidrocarbonado, deberán también ser
tales que la temperatura de mezclado calculada sea del orden
de unos 585 a 700°C , más preferiblemente de unos 625 a 675°C ,
pudiendo ser tales las condiciones de flujo y de mezclado de
15 la corriente de azufre y de la corriente de hidrocarburo que
la corriente de hidrocarburo se mezcle de forma prácticamente
completa con el vapor de azufre antes de que el hidrocarburo
entre en contacto con una superficie sólida en la zona de
reacción, tal como una pared caliente de la misma, de modo que
20 ocurra una reacción no catalítica entre prácticamente todo el
hidrocarburo superior y el azufre con anterioridad a dicho
contacto.

De acuerdo con el proceso de esta invención, la
reacción entre el hidrocarburo superior y el azufre se pre-
senta casi instantáneamente. A continuación, la mezcla puede
25 ponerse en contacto con las paredes del reactor o en contacto
con un relleno u otras superficies sólidas sin conseguir un
efecto adverso.

En el procedimiento puede utilizarse como alimenta-
ción un hidrocarburo superior sustancialmente sin diluir. En
30



este caso es necesaria una turbulencia extremadamente alta al objeto de proporcionar el rápido mezclado necesario de los componentes. Se ha encontrado, por ejemplo, que dicha turbulencia procede de la alimentación de la corriente hidrocarbonada en contracorriente con la de azufre, de modo que las dos corrientes choquen de frente. Como puede verse a partir de los siguientes ejemplos, mediante esta técnica se han convertido hidrocarburos superiores, tales como gas de petróleo licuado (mezclas de propano-butano) y pentano, en altos rendimientos, a disulfuro de carbono, en un tiempo de residencia de 0,6 segundos en el reactor; el tiempo de reacción real era probablemente mucho más pequeño.

A medida que disminuye la concentración de hidrocarburo superior en la corriente del mismo, se requiere un grado de agitación más bajo para poner en contacto reactivo prácticamente todas sus moléculas con las de azufre de la corriente circundante, antes de que dichas moléculas de hidrocarburo alcancen la pared del reactor. Por ejemplo, cuando la corriente hidrocarbonada es principalmente metano (el cual no tiene por sí mismo una tendencia sustancial a formar alquitranes subproductos durante su reacción térmica con el azufre) y cuando la concentración de hidrocarburo que tiene más de 4 carbonos, en la corriente inyectada, es inferior a unos 3 moles %, pueden obtenerse resultados muy buenos, en un tubo de reacción, dirigiendo la corriente de hidrocarburo en corriente paralela al interior del punto medio de la corriente de vapor de azufre, para formar un chorro de hidrocarburo que se transporta dentro del tubo (por ejemplo, central o axialmente) sin llegar a entrar en contacto con las paredes del tubo, a la vez que la turbulencia de las corrientes mantiene en mezcla ambas corrien



tes y asegura que las moléculas de hidrocarburo superior reaccionen con el azufre. Sin embargo, cuando el mismo chorro de hidrocarburo es dirigido ligeramente al lateral (véase ejemplo 10), se forman cantidades significativas de productos indeseados de polimerización o condensación, tales como alquitrán. Después del periodo inicial de mezclado, durante el cual practicamente todo el hidrocarburo superior es reaccionado fuera de contacto con las paredes, la mezcla puede ser conducida a través de otras longitudes de tubos calientes, alrededor de recodos, y entrar en contacto con varias superficies, tales como elementos de relleno; durante este nuevo transporte, puede hacerse reaccionar practicamente todo el metano con el azufre bajo condiciones no catalíticas o catalíticas.

El rápido mezclado inicial de las dos corrientes puede ser promovido de distintos modos. Así, el tubo puede tener una porción convergente en aproximadamente el punto de introducción de la corriente hidrocarbonada, de modo que el vapor de azufre viaje por la trayectoria de un cono convergente cuyo vértice reside a lo largo de la línea central de la corriente hidrocarbonada, siendo forzados los vapores de azufre al interior de la corriente central, proporcionando un rápido mezclado a la vez que la mezcla se encuentra fuera de contacto con las paredes circundantes. Otras técnicas de mezclado para llevar a cabo esta finalidad, podrán ser evidentes para los expertos en la técnica. Igualmente, el hidrocarburo puede ser introducido como una pluralidad de corrientes (por ejemplo, 2, 3 ó 4 corrientes, en corriente paralela, agrupadas alrededor del eje del tubo) o como una corriente anular central. Igualmente, dentro del alcance más amplio de la invención se encuentra el efectuar el mezclado inicial inyectando una o más corrientes

del hidrocarburo en un gran reactor de mezclado en el cual se introduce también de forma continua una corriente de azufre y del cual se extrae continuamente una corriente de la mezcla de reacción, estando espaciadas las paredes del reactor de mezclado en una distancia considerable de los puntos de inyección de hidrocarburo y siendo agitado continuamente el contenido del reactor, tal como por medio de la turbulencia inducida por el modo de introducción de los vapores de azufre; el reactor de mezclado puede ser de un volumen tal en relación con los volúmenes de alimentación que la mezcla de reacción sea de composición sustancialmente uniforme dentro de la zona de reacción, siendo sustancialmente igual la composición de la mezcla en la cual se inyectan continuamente los gases de alimentación a la composición de la mezcla que se extrae continuamente de la zona de reacción.

Como anteriormente se ha indicado, la reacción puede efectuarse en una cámara de reacción tubular a través de la cual se alimenta el vapor de azufre caliente y en cuyo interior se introduce la corriente de hidrocarburo a través de un orificio (el cual puede ser el extremo de salida de una tobera de introducción de hidrocarburo). En una versión preferida, y para mantener el hidrocarburo lejos del contacto con las paredes del reactor antes de que reaccione con el azufre, la cámara de reacción tiene un diámetro que es de más de cinco veces (por ejemplo, 6, 10, 15 ó 20) el diámetro del orificio de introducción de hidrocarburo. De este modo, en una disposición en la cual el hidrocarburo se introduce en corriente paralela con la corriente de azufre, la cámara de reacción puede ser un conducto o tubería recta que tiene el diámetro relativamente grande antes citado sobre una distancia (medida



axialmente) superior a 50 veces (por ejemplo, 80, 100, 200 ó más) el diámetro del orificio de introducción del hidrocarburo. Por otra parte, puede consistir en un tubo que se ensancha hacia el exterior aguas abajo del orificio de introducción del hidrocarburo. Como ya se ha indicado, el hidrocarburo superior reacciona muy rápidamente a la vez que cualquier metano de la alimentación hidrocarbonada reacciona más lentamente con el azufre. Así, cuando la alimentación contiene metano, el reactor puede tener una porción aguas abajo para la conversión del metano sin reaccionar a disulfuro de carbono, incluyendo una sección de calentamiento que puede ser de un diámetro considerablemente más pequeño que el de la cámara de reacción; por ejemplo, la reacción inicial puede efectuarse en un tubo caliente de gran diámetro en un horno y la mezcla de reacción puede conducirse entonces a través de tubos calientes de diámetro más pequeño en el mismo horno y a continuación a un reactor relleno, de gran diámetro, para llevar a cabo adicionalmente la reacción metano-azufre.

El rápido mezclado inicial puede promoverse también utilizando una corriente de azufre que se mueve prácticamente de forma vertical, por ejemplo, empleando un reactor tubular cuyas paredes son sustancialmente verticales en lugar de horizontales, con lo cual se reduce al mínimo los efectos de la estratificación de las corrientes y el posterior contacto entre el hidrocarburo sin reaccionar y las paredes del tubo. El vapor de azufre es mucho más denso que el hidrocarburo bajo las condiciones de la reacción y esta diferencia de densidad se acentúa bajo las altas presiones utilizadas preferiblemente en la práctica de esta invención; es decir, la presión elevada incrementa el peso molecular promedio del azufre (se forma



más S_3 y S_6 a espensas de S_2). El empleo de una corriente de azufre que se mueve verticalmente constituye por sí mismo otro aspecto de esta invención y dentro del alcance más amplio de la invención se encuentra el empleo de la corriente de azufre de movimiento vertical para obtener resultados mejorados, incluso bajo condiciones de presiones inferiores (por ejemplo, presión atmosférica o una presión de dos atmósferas) o bajas temperaturas de mezclado, o ambas. La corriente de azufre puede moverse aguas abajo o aguas arriba y la corriente de hidrocarburo puede introducirse en contracorriente o en corriente paralela en cualquier caso, o puede incluso introducirse en una corriente de azufre que se mueve aguas arriba o aguas arriba o aguas abajo.

La temperatura de mezclado puede calcularse a partir del calor contribuido por cada componente de la alimentación, suponiendo un mezclado adiabático (ni se aporta ni se pierde calor adicional durante el mezclado) y que no tiene lugar ninguna reacción química (pudiéndose denominar lana "temperatura de mezclado adiabático y libre de reacción"). A esta temperatura de mezclado, la suma de las ganancias y pérdidas en entalpia por los diversos componentes de la alimentación, al alcanzar dicha temperatura, es cero; así, para una mezcla de dos componentes el calor ganado por uno de ellos es igual al calor perdido por el otro. La ganancia o pérdida de entalpia puede determinarse fácilmente sobre la base de datos termodinámicos publicados.

Por ejemplo, la entalpia del propano (en calorías por kmol) como una función de la temperatura ("T", en grados Kelvin) puede expresarse como sigue:

$$-49,409.318 - 1.739T + 6.551 \times 10^{-2}T^2 - 2.254 \times 10^{-5}T^3;$$



estando basada esta fórmula en los datos termodinámicos suministrados por Kobe et al en una serie de artículos sobre la termoquímica de productos petroquímicos en Petroleum Refiner, enero 1949 a julio 1958. (Será evidente que, puesto que el primer término, $-49.409,318$, no es afectado por la temperatura y puesto que el número de moles de propano antes y después del mezclado es el mismo, este primer término no tiene efecto alguno sobre el cálculo). El efecto, sobre la entalpía, del cambio de la presión parcial del propano debido al mezclado es negligible y es desechado puesto que no tiene ningún efecto significativo en el cálculo (el propano se comporta esencialmente como un gas perfecto bajo las condiciones de operación).

El cálculo del cambio de entalpía para el azufre requiere etapas adicionales, debido a que el azufre existe en varias formas moleculares, tales como S_2 , S_6 y S_8 (a pesar de que pueden existir otras especies de azufre, las cuales no son consideradas ya que no tienen efecto significativo alguno en el cálculo). Para S_2 la entalpía (en calorías por kmol) es de $51.986,842 + 11,698T + 4,768 \times 10^{-3}T^2 - 2,338 \times 10^{-6}T^3$; y para S_6 es $39.463,695 + 34,6T + 2,376 \times 10^{-3}T^2$; y para S_8 es $35.065,98 + 45,00T + 3,168 \times 10^{-3}T^2$. Véase, por ejemplo, K.K. Kelly, U.S. Bureau of Mines Bulletin 406.5 (1937).

La distribución (proporciones relativas) de las diversas especies de azufre, depende de la presión y temperatura y puede calcularse a partir de datos termodinámicos conocidos, tal como los dados por Kelly. De este modo, la distribución de moléculas de azufre en la corriente de azufre entrante (cuya temperatura y presión se conocen) puede determinarse mediante un método de ensayo y error (tal como mediante iteraciones



repetidas en un computador). Es decir, se supone una distribución y su exactitud se comprueba matemáticamente mediante el empleo de constantes cinéticas conocidas (dadas por Kelly) con relación a la conversión de una forma de azufre en otra; en
5 base a estos cálculos, se elige otra distribución supuesta y se continúa el proceso de cálculo y elección hasta obtener el valor correcto.

La temperatura de mezclado puede calcularse mediante un doble juego de computaciones de ensayo y error. Es decir,
10 se supone una temperatura de mezclado y, a partir del número conocido de moles de sustancias distintas al azufre en la alimentación (por ejemplo, propano) y del peso conocido de azufre en la alimentación, se puede calcular (por ensayo y error como antes se ha descrito) la distribución de las diversas especies de azufre en la mezcla a la temperatura de mezclado supuesta.
15 A partir de esto, se calcula los cambios en las entalpías a la temperatura de mezclado supuesta; en base a este cálculo, se elige una nueva temperatura de mezclado supuesta, se calcula una nueva distribución de azufre (de nuevo por ensayo y error como anteriormente) y se calculan los cambios en las entalpías para dicha nueva temperatura de mezclado supuesta;
20 se repite el proceso de cálculo y elección (mediante, por ejemplo, iteraciones repetidas en un computador) hasta que se encuentra una temperatura a la cual la suma de los cambios de entalpía para los componentes de la alimentación es cero.
25

Se ha encontrado que la temperatura de mezclado calculada es afectada de forma significativa por la presión; así, si se precalienta propano a 200°C y se suministra a la velocidad de 69 kg por hora y si se precalienta el azufre a 600°C
30 y se suministra a la velocidad de 820,5 kg por hora (estequío



metricamente, un exceso del 63 % de azufre), a presión atmosférica, la temperatura de mezclado calculada es de aproximadamente 574°C, a una presión de 2 atmósferas es de aproximadamente 563°C y a 4 atmósferas es de aproximadamente 549°C.

5 La presión en el reactor es preferiblemente del orden de 3,5 a 12 atmósferas, más preferiblemente de 5 a 10 atmósferas aproximadamente.

10 Las paredes del reactor pueden ser de cualquier material de construcción resistente a la corrosión, adecuado, tal como acero conteniendo proporciones significantes de cloro y/o níquel. Pueden emplearse materiales normalmente disponibles como aceros inoxidable, tales como aquellos que contienen aproximadamente 20 % de níquel, 25 % de cromo y 0,2 a 0,4% de carbono. La temperatura de las paredes del reactor es con
15 preferencia inferior a unos 750°C y superior a unos 550 ó 600°C, tal como de 650 a 700°C aproximadamente.

20 Como anteriormente se ha indicado, la reacción de azufre con los hidrocarburos superiores tiene lugar muy rápidamente en el proceso de esta invención. La mezcla de reacción puede enfriarse entonces y tratarse para recuperar de forma convencional el azufre y disulfuro de carbono. La mezcla de reacción puede mantenerse también a una temperatura relativamente alta (por ejemplo, del orden de 550 a 700°C aproximadamente, tal como de unos 600 a 650°C) durante períodos relativamente largos antes del enfriamiento; ésto es particularmente útil para mezclas que contienen proporciones sustanciales del metano más lentamente reactivo, con el fin de
25 hacer que el metano se convierta de forma prácticamente completa a disulfuro de carbono y, por esta razón, pueden utilizarse zonas de reacción adicionales (tal y como describe
30 Porter en la Patente USA No. 3.087.788).



5 El mezclado en contracorriente constituye por sí mismo otro aspecto de esta invención y dentro del alcance más amplio de la misma se encuentra el empleo del procedimiento de mezclado en contracorriente para obtener resultados mejo-
rados, incluso bajo condiciones de presiones inferiores (por ejemplo, presión atmosférica o una presión de 2 atmósferas) o a temperaturas de mezclado más bajas, o ambas.

10 Como podrá verse a partir de los siguientes ejemplos, la proporción y tipo del hidrocarburo de carbonos múltiples puede variar ampliamente. Puede constituir el 100 % de la co-
rriente de alimentación de hidrocarburo o una fracción mucho más pequeña. Por ejemplo, la corriente de alimentación de hi-
drocarburo puede ser metano conteniendo tan poco como 0,3 mo-
les % aproximadamente de hidrocarburos que tienen 3 ó más
15 átomos de carbono o tan poco como 0,04 moles % de hidrocarbu-
ros que tienen 4 ó más átomos de carbono, o puede ser metano conteniendo por encima del 1 % de hidrocarburo con 4 ó más
átomos de carbono. Los hidrocarburos superiores pueden ser alifáticos saturados, pero (como más abajo se indica) dichos
20 hidrocarburos pueden ser cicloalifáticos o incluso aromáticos, pudiendo estar también presentes compuestos olefínicos. Gene-
ralmente, el número medio de carbonos de los hidrocarburos de múltiples carbonos, será inferior a 8 y el contenido de hi-
drocarburos que tienen 9 átomos de carbono o más será asimismo
25 inferior a 10 moles %.

30 Para lograr los mejores resultados, el azufre se alimenta al reactor en una proporción en exceso a la estequi-
ometricamente necesaria para la formación de CS_2 por reacción con la alimentación particular de hidrocarburo. Este exceso
es con preferencia superior al 1 %, más preferiblemente de como



mínimo 10 %. Con las concentraciones más elevadas de los hidrocarburos superiores en la alimentación, es preferible emplear excesos más grandes de azufre, tales como del 20 - 300% aproximadamente, con preferencia del 30 - 200 % aproximadamente.

5

Como se indica en los ejemplos, la corriente de hidrocarburo puede ser alimentada en mezcla con la corriente de azufre a través de una sola abertura u orificio circular. Igualmente, dentro del alcance más amplio de la invención, se encuentra la alimentación de dicha mezcla a través de orificios de otras configuraciones, tales como rectangulares o anulares, así como a través de una pluralidad de orificios que pueden estar situados todos ellos en la misma etapa del flujo de azufre o (pero no necesariamente) en diferentes etapas del mismo, es decir, estando situado un segundo orificio aguas abajo del primero. La alimentación de hidrocarburo es con preferencia realizada a una temperatura inferior a la cual se presenta un cracking térmico significativo para sus hidrocarburos de por lo menos 3 átomos de carbono (sin embargo, se cree que dicho cracking ocurre cuando los hidrocarburos entran en contacto con los vapores calientes de azufre, actuando el azufre en el proceso como un iniciador del cracking). De este modo, la temperatura de la alimentación de hidrocarburo es con preferencia inferior a unos 500°C, tal como inferior a 450°C, por ejemplo, de 425°C, 400°C o mucho más inferior, tal como la temperatura ambiente. Sin embargo, dentro del alcance más amplio de la invención, si bien es menos deseable, se encuentra el precalentamiento del hidrocarburo a una temperatura en la cual no se presenta el cracking.

10

15

20

25

30

Los siguientes ejemplos se ofrecen para ilustrar esta



invención adicionalmente. En los ejemplos, los volúmenes dados representan, según la práctica standard, el volumen calculado en condiciones normales de temperatura de 0°C y una presión absoluta de 760 mm de Hg. Los tiempos de residencia se ofrecen en segundos y son iguales a 3.600 dividido por la "velocidad espacial" expresada en horas⁻¹; la velocidad espacial es el cociente del volumen total (en litros) de reactantes, en condiciones normales, (azufre calculado como S₂), por hora, dividido por el volumen del reactor (en litros).

EJEMPLO 1

En este ejemplo, una corriente estrecha de propano, calentada a 425°C, se inyecta en contracorriente, de forma concéntrica, en una corriente mucho más ancha de azufre precalentado a 700°C, para reaccionar de forma sustancialmente adiabática a una presión de 2,8 kg/cm² relativos aproximadamente. Las velocidades de flujo son tan controladas que la cantidad de azufre es de aproximadamente 34 % en exceso a la necesaria para la reacción estequiométrica con un propano, para formar disulfuro de carbono. La reacción se efectúa en un reactor corto, siendo el tiempo de residencia en el mismo de 0,61 segundos, tras lo cual la mezcla de reacción se enfría inmediatamente, primero en un recipiente a 140°C (con lo cual tiene lugar la condensación del azufre en la mezcla de reacción). Los gases no condensados (incluyendo el disulfuro de carbono, pasan entonces a través de un regulador de presión (diseñado para proporcionar una presión de retorno de 3,7 atmósferas, es decir, 2,8 kg/cm² relativos) desde el cual los gases pasan a un condensador a 0°C y bajo presión para condensar el disulfuro de carbono; los gases no condensados son ventilados a presión atmosférica. El propano se inyecta a través de un ori-



ficio circular de 0,318 cm de diámetro en el interior de la corriente de azufre que fluye en un conducto circular que tiene un diámetro interno de 2,09 cm.

La temperatura de mezclado calculada es de unos 675°C.

El propano se convierte de forma practicamente cuantitativa (más del 99 %) y el análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste tiene una pureza de 99,89 %, alrededor de 0,02 % de benceno, alrededor de 0,09 % de tiofeno y nada de tolueno. El azufre condensado contiene solamente trazas de material carbonáceo.

Más específicamente, el reactor es una sección vertical de 45,6 cm de longitud de tubería de acero inoxidable, especialmente tubería IPS de tipo 40 de 19,05 mm, en la cual se proyecta desde el lateral un tubo de introducción de hidrocarburo que tiene un diámetro exterior de 0,635 cm. El extremo de dicho tubo está cerrado en el lado aguas arriba del tubo, adyacente al extremo cerrado, está maquinado para formar una cara aguas arriba, plana y lisa dispuesta perpendicularmente a la trayectoria de flujo del azufre a través de la tubería más grande; estando perforado en dicha cara el orificio de 0,318 cm de diámetro. Existe un recodo en la tubería (a través del cual se suministra el vapor o azufre caliente) aguas arriba de la sección de reacción vertical (en la cual está situado el tubo de introducción de hidrocarburo); el recodo está a 30 cm aproximadamente aguas arriba del orificio de introducción del hidrocarburo. El reactor está situado en un horno cuya temperatura es de unos 700°C. El azufre y el propano se alimentan al reactor (desde recipientes de almacenamiento mantenidos a presiones de aproximadamente 7 kg/cm² relativos, a través de

precalentadores y dispositivos controladores del flujo, adecuados) a velocidades de 760 g por hora de azufre y 39,8 litros (condiciones normales) por hora de propano. (Los términos "aguas arriba" y "aguas abajo" se emplean con preferencia a la dirección de flujo del azufre y de la mezcla de reacción resultante que es hacia abajo en el ejemplo).

EJEMPLO 2

Se repite el ejemplo 1, empleando una mezcla de propano y H_2S en una relación volumétrica de 1:2 en lugar del propano puro; en este caso, el exceso de azufre con respecto a la estequiometría es de 300 %.

La temperatura de mezclado calculada es de unos 690°C.

Aquí, de nuevo, se produce una conversión prácticamente cuantitativa de propano. El análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste tiene una pureza de más del 99,99 %, contiene aproximadamente 0,0055 % de benceno, 0,0002% de tiofeno y nada de tolueno. El azufre condensado es de color amarillo brillante con ninguna traza de alquitranes.

Específicamente, las velocidades de alimentación son de 760 g por hora de azufre, 13,3 litros (en condiciones normales) por hora de propano y 26,6 litros (en condiciones normales) por hora de H_2S .

EJEMPLO 3

Se repite el ejemplo 1, empleando una mezcla de n-hexano y H_2S en una relación volumétrica de 1:3 en lugar de propano puro (en este caso, el exceso de azufre con respecto a la estequiometría es del 100 %), un tiempo de residencia de 0,58 segundos, una temperatura de precalentamiento de azufre de 650°C y una temperatura de precalentamiento de la alimenta-



ción hexano-H₂S de 200°C.

La temperatura de mezclado calculada es de unos 620°C.

5 La conversión de hidrocarburo a disulfuro de carbono es de 97 %. La ulterior inspección del reactor no muestra señal alguna de impurezas carbonáceas. El análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste contiene un 3,66 % de benceno, 0,35 % de tiofeno y 0,002 % de tolueno. El azufre condensado aparece como claro y brillante.

10 La ulterior inspección del reactor señala igualmente una considerable acumulación de cascarilla (debido a los efectos de un gran número de experimentos anteriores bajo distintas condiciones). Se cree que el nivel de impurezas en el disulfuro de carbono se debe principalmente al efecto superficial a causa de esta acumulación de cascarilla. Es preferible operar con un reactor de superficie lisa. Sin embargo, incluso con este reactor dotado de cascarilla, las paredes están libres de depósitos carbonáceos después del experimento.

15 EJEMPLO 4

20 Se repite el ejemplo 1, empleando una mezcla LPG (constituída principalmente de butano y propano, como más abajo se describe) en lugar del propano puro, con un exceso de azufre del 150 % con respecto a la estequiometría, un tiempo de residencia de 0,58 segundos, una temperatura de precalentamiento del azufre de 700°C y una temperatura de precalentamiento del hidrocarburo de 200°C.

25 La temperatura de mezclado calculada es de unos 685°C.

30 La conversión de hidrocarburo a disulfuro de carbono es de 99,8 %.

El análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste contiene 0,0834 % de benceno, 0,0425 % de tiofeno, 0,0003 % de tolueno y ningún constituyente de peso molecular más elevado. El azufre condensado aparece claro y brillante.

5

La mezcla LPG (mezcla LPG No. 31 de Phillips) tiene la siguiente composición (en la cual todos los números expresan moles %): etano 0,01, propano 36,94, isobutano 16,11, n-butano 44,83, n-pentano 0,01, isopentano 2,04, transbuteno-2 0,02, cis-buteno-2 0,01, fluoruro de isopropilo 0,03.

10

EJEMPLO 5

Se repite el ejemplo 1, empleando n-butano en lugar del propano puro, con un exceso de azufre del 100 % con respecto a la estequiometría, un tiempo de residencia de 0,58 segundos, una temperatura de precalentamiento de azufre de 700°C y una temperatura de precalentamiento de hidrocarburo de 200°C.

15

La temperatura de mezclado calculada es de unos 675°C.

La conversión de hidrocarburo a disulfuro de carbono es de 99,8 %. El análisis del disulfuro de carbono condensado, indica que éste contiene 0,0245 % de benceno, 0,1 % de tiofeno, 0,002 % de tolueno y 0,002 % de constituyentes de peso molecular más elevado. El azufre condensado aparece claro y brillante.

20

EJEMPLO 6

Se repite el ejemplo 1, empleando n-pentano (de calidad técnica) en lugar de propano puro, con un exceso de azufre del 50 % con respecto a la estequiometría, un tiempo de residencia de 0,58 segundos, una temperatura de precalentamiento del azufre de unos 630-650°C, una temperatura de precalentamiento del hidrocarburo de 200°C, un orificio de 0,16 cm de

30



diámetro y una presión de 4,4 atmósferas ($4,22 \text{ kg/cm}^2$ relativos) en el reactor.

La temperatura de mezclado calculada es de unos 605°C .

5 La conversión de hidrocarburo a disulfuro de carbono es del 99 %. El análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste contiene 0,35 % de benceno, 0,68 % de tiofeno, 0,0008 % de tolueno y 0,0011 % de constituyentes de peso molecular más elevado. El azufre condensado aparece claro y brillante.

10

EJEMPLO 7

Se repite el ejemplo 1, empleando una nafta de petróleo alifática (conteniendo heptano, metilciclohexano y tolueno como constituyentes principales) en lugar del propano puro, con un exceso de azufre del 100 % con respecto a la estequiometría, un tiempo de residencia de 1,35 segundos, una temperatura de precalentamiento del azufre de 650°C y una temperatura de precalentamiento del hidrocarburo de 200°C . Sin embargo, en este caso el tubo de introducción de hidrocarburo se sitúa con su cara plana (y orificio) mirando aguas abajo, de modo que el flujo de hidrocarburo sea en corrientes paralelas con el azufre.

15

20

La temperatura de mezclado calculada es de unos 620°C .

25

La conversión de hidrocarburo a disulfuro de carbono es de 94 %. El análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste contiene 5,44 % de benceno, 0,19 % de tiofeno, nada de tolueno y 0,0002 % de constituyentes de peso molecular más elevado. El azufre condensado aparece claro y brillante.

30

La composición aproximada de la nafta en moles % es: 2-metilhexano 0,3; 2,3-dimetilpentano más 1,1-dimetilciclopentano



5 tano 0,2; trans-1,3-dimetilciclopentano 1,0; cis-1,3-dimetil-
ciclopentano 0,6; trans-1,2-dimetilciclopentano 0,5; isooc-
tano 1,5; n-heptano 25,0; cis-1,2-dimetilciclopentano 1,9; metil-
ciclohexano 44,3; etilciclopentano 0,2; 2,5-dimetilhexano 2,3;
3,3-dimetilpentano 1,2; tolueno 10,2; 2,3,4-trimetilpentano 2,9;
1,1,2-trimetilciclopentano 0,7; otros 7,2.

EJEMPLO 8

10 Se repite el ejemplo 1, excepto en lo siguiente: el
reactor está hecho de cuatro secciones paralelas de 61 cm de
longitud (de la misma tubería de acero inoxidable de tipo 40,
IPS de 19,05 mm.) cada una de las cuales está unida a su veci-
na mediante un recodo de retorno del mismo acero inoxidable,
para que la mezcla de reacción fluya sucesivamente a través de
15 las cuatro secciones en una trayectoria sinuosa. El azufre pre-
calentado pasa directamente a este reactor, mientras que el
hidrocarburo se introduce concéntricamente en la corriente de
azufre (en un punto a 2,5 cm aguas abajo de la entrada del
reactor) a través del extremo abierto de un tubo de alimenta-
ción que tiene un diámetro interno de 0,683 cm. El reactor se
20 mantiene en un horno eléctrico siendo de 650°C la temperatura
medida en la pared interna del reactor en un punto situado a
16 cm aguas abajo de la entrada del reactor. El hidrocarburo
es un gas natural de la siguiente composición molar: 89,78 %
de metano, 4,18 % de etano, 1,7 % de propano, 2,2 % de buta-
25 nos, 2,04 de nitrógeno y 0,1 % de agua. El azufre se preca-
lienta a 650°C y el hidrocarburo a 400°C. El exceso de azufre
es del 15 % con respecto a la estequiometría, el tiempo de
residencia es de unos 15 segundos y la presión del reactor es
de 5,6 kg/cm² relativos.

30 La temperatura de mezclado calculada es de unos



590°C.

5 La conversión a disulfuro de carbono es casi cuantitativa. El análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste tiene una pureza de 99,99 + %, conteniendo solamente 0,0045-0,0075 % de benceno y tiofeno como impurezas de trazas.

10 Después de la operación continua durante más de 110 horas, no existe taponamiento de los tubos del reactor y ninguna formación de carbón o alquitrán. El azufre condensado es claro, amarillo brillante y está libre de alquitranes.

En este ejemplo, las velocidades de suministro de azufre e hidrocarburo son de 357 g por hora y 50 litros (en condiciones normales) por hora, respectivamente.

15 Los dos siguientes ejemplos ilustran el efecto de la pared sobre el ensuciamiento del tubo y la formación de subproductos.

EJEMPLO 9

20 Se utiliza el reactor del ejemplo 8 con el mismo gas natural, pero introduciendo dicho gas a través de un venturi especialmente diseñado para obtener un mezclado instantáneo de hidrocarburo y azufre, con una temperatura de precalentamiento de azufre de 700°C, una temperatura de precalentamiento del hidrocarburo de 400°C, un exceso de azufre del 5 %, una temperatura del reactor medida de 700°C, un tiempo de residencia de 11 segundos y una presión de unas 6,5 atmósferas (5,6 kg/cm² relativos).

25 La temperatura de mezclado calculada es de unos 640°C.

30 La velocidad de conversión del gas natural es cuantitativa y el disulfuro de carbono tiene una pureza de 99,99



+ % con menos de 0,0012 % de benceno y tiofeno como trazas de impurezas. No existe evidencia alguna de formación de alquitranes en el azufre recuperado.

5 En este ejemplo, las velocidades de suministro de azufre e hidrocarburo son de 578 g por hora y 88,3 litros (en condiciones normales) por hora, respectivamente.

EJEMPLO 10

10 Se emplea el reactor del ejemplo 8 con el mismo gas natural, con una temperatura de precalentamiento del azufre de 700°C, una temperatura de precalentamiento del hidrocarburo de 400°C, un exceso de azufre del 5 %, una temperatura del reactor medida de 700°C, un tiempo de residencia de 11 segundos y una presión de 6,5 atmósferas (5,63 kg/cm² relativos). Al contrario que en el ejemplo 8, en este ejemplo el tubo de entrada
15 central de hidrocarburo está inclinado notablemente (en un ángulo superior a 10° con respecto al eje de la tubería del reactor) de modo que el hidrocarburo se dirige inicialmente algo hacia la pared de la tubería del reactor. En contraste
20 al ejemplo 9 (empleando condiciones similares de temperatura, presión, velocidades de flujo, tiempo de residencia y análogas), la velocidad de conversión del gas natural es solamente del 97 %, el disulfuro de carbono contiene más de 0,1 % de tiofeno y benceno y existe una evidencia sustancial de alquitranes y taponamiento de los tubos del reactor y en el azufre recuperado.

25

EJEMPLO 11

(A) Se utiliza el reactor del ejemplo 8 con el mismo gas natural, temperatura de precalentamiento del azufre de 600°C, una temperatura de precalentamiento del hidrocarburo de 400°C, un exceso de azufre del 30 % con respecto a la estequiometría, un tiempo de residencia de 11 segundos, una tempe-
30



ratura del reactor medida de 650°C y una presión del reactor de unas 6,5 atmósferas (5,63 kg/cm² relativos).

5 Las velocidades de suministro de azufre e hidrocarburo son de 611 g por hora y 75,5 litros (condiciones normales) por hora, respectivamente.

La temperatura de mezclado calculada es de 580°C.

La conversión de hidrocarburo es de 92,3 %, el disulfuro de carbono condensado contiene 0,0122 % de tiofeno y benceno y hay señales de taponamiento del reactor.

10 (B) Se repite el ejemplo, excepto que la temperatura de precalentamiento del azufre es de 650°C. Esto proporciona una temperatura de mezclado calculada de 605°C. La conversión de hidrocarburo es cuantitativa, el disulfuro de carbono condensado es de una pureza del 99,99 %, con 0,0036 % de tiofeno y benceno y no existen señales de formación de alquitranes o taponamiento del reactor.

15

EJEMPLO 12

20 Se repite el ejemplo 1, empleando una mezcla de 1 mol de propano y 3 moles de propileno en lugar del propano puro, con un exceso de azufre de 112 % con respecto a la estequiometría, un tiempo de residencia de 0,61 segundos, una temperatura de precalentamiento de azufre de 700°C y una temperatura de precalentamiento del hidrocarburo de 415°C, y un orificio de introducción de hidrocarburo que tiene un diámetro de 0,102 cm.

25

La temperatura de mezclado calculada es de unos 680°C.

30 La conversión de hidrocarburo es superior al 99 %. El análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste contiene 0,0466 % de benceno, 0,0118 % de tiofeno y nada



de tolueno.

EJEMPLO 13

5 Se repite el ejemplo 1, empleando metano en lugar del propano puro, con un exceso de azufre del 150 % con respecto a la estequiometría, un tiempo de residencia de 0,59 segundos, una temperatura de precalentamiento del azufre de 700°C y una temperatura de precalentamiento de hidrocarburo de 415°C.

La temperatura de mezclado calculada es de unos 680°C.

10 La conversión de hidrocarburo es del 91 % aproximadamente. El análisis del disulfuro de carbono condensado indica que éste contiene 0,003 % de benceno, 0,004 % de tiofeno y nada de tolueno.

EJEMPLO 14

15 En este ejemplo, se emplea un aparato similar al descrito en el ejemplo 8; el azufre se introduce continuamente en una tubería existente dentro de un horno y, en un punto de la tubería en donde el azufre ha llegado a vaporizarse y precalentarse a la temperatura predeterminada deseada, se introduce
20 continuamente el hidrocarburo precalentado a través de un tubo concéntricamente situado, para reaccionar con el azufre de la tubería calentada. El diámetro interno de la tubería es de 14,288 cm y el diámetro interno del tubo de alimentación de hidrocarburo es de 3,18 cm (su diámetro externo es de
25 4,288 cm). La alimentación de hidrocarburo es gas natural que tiene el siguiente análisis (en moles %): metano 96,73, etano 2,28, propano 0,32, isobutano 0,02, butano 0,01, isopentano 0,01, n-pentano 0,01, hexano menos de 0,01, otros hidrocarburos 0,01, nitrógeno 0,23, CO₂ 0,37. La presión de entrada es
30 de unas 7,8 atmósferas (aproximadamente 7,03 kg/cm² relativos),



5 el azufre se precalienta a 650°C, la alimentación de hidro-
carburo se precalienta a 400°C, el exceso de azufre es del
15 % con respecto a la estequiometría. El azufre y el hidro-
carburo entran en la zona de reacción a velocidades lineales
de 6,48 y 116 metros por segundo respectivamente (calculado
sobre la base de sus velocidades de alimentación y áreas en
sección transversal; para el azufre, el área es la del espa-
cio anular alrededor del tubo de alimentación de hidrocarburo).

La temperatura de mezclado calculada es del orden de 600°C.

10 La mezcla viaja a través de una longitud recta de la misma tu-
bería en una distancia de aproximadamente 9,1 metros, a conti-
nuación alrededor de un recodo y a través de más del mismo tipo
de tubería en el horno, penetrando entonces en una cámara de
reactor empacada (siendo su temperatura de unos 630-650°C),
15 pasando entonces a través de la tubería más caliente del horno
para recalentarlo a unos 630-650°C y a continuación a través
de una segunda cámara de reactor empacada que contiene partícu-
las de gel de sílice, siendo el tiempo total de residencia de
la mezcla de unos 34 segundos, tras lo cual el azufre y el di-
20 sulfuro de carbono se condensan sucesivamente a partir de la
mezcla en forma convencional. El disulfuro de carbono se pro-
duce en rendimiento muy elevado y con una pureza también muy
elevada, teniendo un contenido en benceno especialmente bajo.

EJEMPLO 15

25 Se repite el ejemplo 14 empleando un tubo de alimen-
tación de hidrocarburo cuya salida tiene un diámetro interno
de 1,4 cm, siendo las restantes condiciones las mismas (excep-
to la velocidad lineal del hidrocarburo que es naturalmente
más elevada, puesto que se alimenta la misma cantidad de hi-
30 drocarburo a través de una abertura más pequeña).

EJEMPLO 16

Se repite el ejemplo 14 empleando un reactor cuya longitud de 9,1 metros (aguas arriba del primer recodo encontrado por la mezcla) tiene un diámetro de 20 cm, siendo idénticas las restantes condiciones (excepto la velocidad lineal del azufre que es naturalmente más baja, puesto que se alimenta la misma cantidad de azufre a través de una tubería más grande).

En los ejemplos 3, 4, 5, 6, 7, 12 y 13, las velocidades de alimentación del azufre, en gramos por hora, son de 760, 850, 832, 855, 760, 840 y 760, respectivamente, y las velocidades de alimentación del hidrocarburo (en gramos por hora, a menos que se diga lo contrario) son: 53,4 hexano, 47,2 LPG, 58 butano, 80,2 pentano, 53,8 nafta, 7,5 litros (condiciones normales) de propano y 22,4 litros (condiciones normales) de propileno por hora, 50 litros (condiciones normales) de metano por hora. En estos ejemplos, el cálculo simple demuestra que la velocidad lineal de la corriente de hidrocarburo que sale del orificio es considerablemente más alta que la velocidad lineal de la corriente de azufre; así, para el ejemplo 6 la velocidad lineal del pentano es de más del doble la velocidad lineal del azufre, específicamente alrededor de 30,9 cm por segundo contra unos 6,7 cm por segundo.

Se hace referencia aquí a la solicitud copendiente de Meadow, Berkowitz y Manganaro, titulada "Sulfur-Hydrocarbon Reactions" presentada el mismo día que la presente solicitud, cuya descripción se incorpora aquí con fines de referencia. Dicha solicitud describe el empleo de una corriente de azufre convergente. El venturi mencionado en el ejemplo 9 anterior es el mostrado en la figura 1 de dicha solicitud co-

pendiente, en donde el vapor de azufre se introduce a través de la tubería de sección transversal circular, en una corriente anular alrededor del tubo de alimentación coaxial del hidrocarburo (también de sección transversal circular) que tiene un extremo de salida achaflanado. Para formar la corriente de vapor de azufre en una configuración cónica convergente, existe un inserto de venturi que se acopla de forma segura dentro de la tubería por otra parte uniforme y que tiene una porción convergente hacia el interior, una garganta y una sección convergente hacia el exterior (o recuperación de presión). La corriente de vapor de azufre se fuerza de este modo a través de un estrecho huelgo alrededor del extremo de salida achaflanado del tubo de alimentación de hidrocarburo, incrementando de este modo de velocidad grandemente (principio de Bernoulli) a medida que alcanza a la corriente de hidrocarburo. Este incremento de velocidad aumenta la "relación de fuerza" de la corriente exterior (azufre) a la corriente interior (hidrocarburo) forzando a la corriente de azufre en contacto de penetración con la corriente de hidrocarburo, aumentándose la interpenetración y mezclado de las dos corrientes. La relación de fuerza se define como $\frac{M_o V_o}{M_i V_i}$ en donde M_o y M_i son las velocidades másicas de flujo de las corrientes exterior e interior respectivamente y V_o y V_i son las respectivas velocidades lineales de dichas corrientes. La relación de fuerza en el ejemplo 9 se encuentra en las proximidades de 10.

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 sus-



ceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con el nº 355.991 de 30 de abril de 1.973, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE DISULFURO DE CARBONO; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento continuo para la producción de disulfuro de carbono, por reacción de azufre y un gas hidrocarbonado que contiene un hidrocarburo de carbonos múltiples, que posee como mínimo 3 átomos de carbono; caracterizado porque comprende alimentar continuamente, en una zona de reacción que tiene paredes sólidas, una corriente de vapor de azufre que posee una temperatura de por lo menos 650°C, y una corriente de dicho gas, para mezclarse en la citada zona, siendo tales las temperaturas y velocidades de flujo de dicho vapor y gas que la temperatura de mezclado calculada de los mismos es del orden de 585 a 700°C aproximadamente y siendo tales las condiciones de flujo y mezclado de dichas corrientes de gas y vapor que el citado gas llega a mezclarse de forma sustancialmente completa con dicho vapor antes de que el gas entre en contacto con una pared de dicha zona, efectuando con ello una reacción no catalítica entre prácticamente la totalidad de dicho hidrocarburo de carbonos múltiples y dicho azufre, con anterioridad a dicho contacto, efectuándose la reacción a una presión de por lo menos 3,5 atmósferas.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-



terizado porque dicho gas hidrocarbonado contiene por lo menos 0,04 moles % de hidrocarburo de carbonos múltiples que posee por lo menos 3 átomos de carbono.

5 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque dicho gas hidrocarbonado contiene como mínimo 0,3 moles % de hidrocarburo que posee por lo menos 3 átomos de carbono y como mínimo 0,04 moles % de hidrocarburo que posee por lo menos 4 átomos de carbono.

10 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha temperatura de mezclado es de unos 625 a 675°C y dicha presión es de hasta unas 12 atmósferas.

15 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el contenido en hidrocarburo de dicha corriente hidrocarbonada está constituido principalmente por hidrocarburo de carbonos múltiples que tiene por lo menos 3 átomos de carbono.

20 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque dicha zona de reacción es un tubo y la citada corriente de gas hidrocarbonado se introduce en dicho tubo en una dirección en contracorriente con la dirección de dicha corriente de vapor de azufre.

25 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el contenido en hidrocarburo de dicha corriente es principalmente metano.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha zona de reacción es un tubo y la corriente gaseosa de hidrocarburo se introduce en dicho tubo en una dirección en contracorriente a la dirección de dicha corriente de vapor de azufre.

30 9.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado



5 terizado porque el azufre y el metano de dicha mezcla de reacción se hacen reaccionar adicionalmente a una temperatura del orden de 550 a 700°C aproximadamente y la mezcla se enfría entonces para condensar de la misma el azufre y el disulfuro de carbono sucesivamente.

10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura de dicho gas hidrocarbonado es inferior a su temperatura de cracking.

10 11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura de dicho gas hidrocarbonado es inferior a unos 450°C.

15 12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se alimenta a una zona de reacción una corriente de vapor de azufre y una corriente de hidrocarburo gaseoso, en contracorriente, para incidir ambas corrientes entre sí en la citada zona de reacción, a una temperatura en la cual se presenta la reacción del azufre con el hidrocarburo para formar disulfuro de carbono.

20 13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque dicha zona de reacción se encuentra a una presión de por lo menos 3,5 atmósferas.

25 14.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque dicha corriente de hidrocarburo se dirige para que practicamente choque de frente con dicha corriente de vapor de azufre.

30 15.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque dicha corriente de vapor de azufre se pasa aguas abajo a través de un tubo dentro del cual se dirige sustancialmente de forma axial una corriente de dicho hidrocarburo, y la mezcla resultante pasa a través de dicho tubo aguas abajo



del punto en el cual la corriente de hidrocarburo entra en contacto con el azufre.

5

16.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la zona de reacción comprende una cámara de reacción tubular a través de la cual se alimenta la corriente de vapor de azufre caliente y en la cual se introduce la corriente de gas hidrocarburo a través de un orificio, teniendo dicha cámara tubular un diámetro que es de más de 5 veces el diámetro de dicho orificio.

10

17.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el diámetro de dicha cámara de reacción tubular en un punto separado (en la dirección en la cual se descarga de dicha corriente de hidrocarburo) del citado orificio en una distancia de 50 veces el diámetro de dicho orificio, es de más de 5 veces el diámetro del orificio.

15

18.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha corriente de hidrocarburo se introduce en una corriente de vapor de azufre que se mueve verticalmente.

20

19.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de reacción se mueve verticalmente desde la zona de introducción de dicha corriente de hidrocarburo.

25

20.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque el reactor comprende un conducto que tiene paredes sustancialmente verticales y a través del cual se mueve sustancialmente de forma vertical una corriente de vapor de azufre, siendo introducida la corriente de hidrocarburo en el vapor de azufre en un punto separado de dichas paredes.

30

21.- Procedimiento continuo para la producción de disulfuro de carbono, tal y como queda sustancialmente descrito



en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 33 hojas escritas a máquina por una sola cara.

30 ABR. 1974

Madrid,

FMC CORPORATION.

J. GONZALEZ ALONSO Y CAÑA
C. P. FERRAZO L. GONZALEZ FERRAZO

21