

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 821 947**

51 Int. Cl.:

B01D 53/24 (2006.01)

B01D 53/26 (2006.01)

C01B 17/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.12.2015 PCT/FI2015/050952**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.07.2016 WO16107986**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.12.2015 E 15828343 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.07.2020 EP 3240621**

54 Título: **Deshidratación del azufre**

30 Prioridad:

30.12.2014 FI 20146167

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

28.04.2021

73 Titular/es:

**OUTOTEC (FINLAND) OY (100.0%)
Rauhanpuisto 9
02230 Espoo, FI**

72 Inventor/es:

VANHATALO, AKI

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 821 947 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Deshidratación del azufre

Campo técnico

Las realizaciones ejemplares y no limitativas se refieren de manera general a la deshidratación del azufre.

Antecedentes de la técnica

La separación ciclónica puede utilizarse para eliminar partículas de corrientes de aire, gas o líquido, sin utilización de filtros, mediante separación con vórtex. La separación ciclónica utiliza efectos rotacionales y la gravedad para separar mezclas de sólidos y fluidos. La separación ciclónica puede utilizarse además para separar finas gotas de líquido respecto de una corriente gaseosa. Se establece un flujo de gas en rotación a alta velocidad dentro de un recipiente cilíndrico o cónico que puede denominarse ciclón. El gas fluye en un patrón helicoidal, partiendo del tope (extremo ancho) del ciclón y terminando en el extremo inferior (estrecho) antes de salir del ciclón en una corriente rectilínea por la parte central superior del ciclón. Las partículas de mayor tamaño (más densas) en la corriente en rotación poseen una inercia excesiva para seguir la curva cerrada de la corriente de gas, de manera que impactan en la pared exterior y después viajan hasta el fondo del ciclón, en donde pueden ser recogidas. En un ciclón cónico, a medida que el flujo rotacional se desplaza hacia el extremo estrecho del ciclón, se reduce el radio rotacional de la corriente, separando de esta manera partículas cada vez más pequeñas.

Las fracciones de azufre elemental pueden incluir un exceso de humedad. La purificación/lavado de las fracciones de azufre elemento es un reto en la industria.

El documento n° US 4.286.966 A da a conocer un método para deshidratar corrientes de azufre líquido, en el que una mezcla líquida que contiene azufre fundido y agua se alimenta a un ciclón a fin de obtener fracciones fundidas ricas en azufre sustancialmente libres de humedad. El documento n° US 2.386.390 A se refiere a un método para deshidratar mezclas gaseosas de azufre y vapor de agua mediante el lavado con azufre líquido.

Descripción resumida

De esta manera, un objetivo es proporcionar un método para aliviar la desventaja anteriormente indicada. Los objetivos se consiguen mediante un método que se caracteriza por lo indicado en la reivindicación independiente. Las realizaciones preferentes se dan a conocer en las reivindicaciones dependientes.

En un aspecto, se proporciona un método para deshidratar el azufre, en el que el procedimiento comprende alimentar una mezcla gaseosa a una temperatura elevada en un ciclón, en la que la mezcla gaseosa contiene gas de azufre y vapor de agua, y llevar a cabo una separación ciclónica del gas de azufre y el vapor de agua contenidos en la mezcla gaseosa, de manera que la fracción rica en gas de azufre se obtiene mediante un grifo de válvula del ciclón y se obtiene una fracción rica en vapor de agua mediante un buscador de vórtex del ciclón. Se da a conocer además un sistema para la deshidratación del azufre, en el que el sistema comprende por lo menos un ciclón configurado para recibir una mezcla gaseosa que contiene gas de azufre y vapor de agua, en el que por lo menos el ciclón se configura para realizar una separación ciclónica de gas de azufre y vapor de agua contenidos en la mezcla gaseosa, de manera que la fracción rica en gas de azufre se obtiene mediante un grifo de válvula del ciclón y una fracción rica en vapor de agua se obtiene mediante un buscador de vórtex del ciclón.

Una ventaja es que la humedad excesiva puede eliminarse del gas de azufre, facilitando de esta manera la reutilización del azufre.

Breve descripción de los dibujos

A continuación, se describe la solución en mayor detalle en referencia al dibujo adjunto, en el que la figura 1 ilustra un sistema de ciclón para realizar un procedimiento según una realización.

Descripción detallada de algunas realizaciones

Las realizaciones siguientes son ejemplares. Aunque la especificación puede referirse a “un”, “una” o “algunas” realizaciones en varios sitios, ello no significa necesariamente que cada una de dichas referencias es a la misma realización o realizaciones, o que la característica sólo se aplica a una única realización. También pueden combinarse características individuales de diferentes realizaciones para proporcionar otras realizaciones. Además, las expresiones “que comprende” y “que incluye” debe entenderse que no son limitantes de las realizaciones indicadas a que consisten en exclusivamente las características que se han mencionado; dichas realizaciones también pueden contener características/estructuras que no han sido mencionadas específicamente. Todos los términos y expresiones deben interpretarse ampliamente y pretenden ser ilustrativas, no limitativas, de la realización.

En una realización, la purificación de fracciones de azufre se lleva a cabo mediante un procedimiento de evaporación. En el procedimiento de evaporación, se evaporan tanto agua como azufre, y el vapor de agua se separa en fase gaseosa del gas de azufre.

El gas de azufre a una temperatura de 450°C incluye moléculas de azufre y presenta una distribución de masas de aproximadamente 48% de S₆, 15% de S₇, 14% de S₅ y 1% de S. La masa molecular media de las moléculas de azufre es aproximadamente 187 g/mol. En comparación, la masa molecular del agua es de solo 18,016 g/mol. En el caso de que el comportamiento de los gases sea próximo al de un gas ideal, las moléculas de azufre presentan una densidad aproximadamente diez veces más alta que la del vapor de agua (en realidad, el gas de azufre difiere más de un gas ideal que el vapor de agua, y de esta manera, la densidad relativa del gas de azufre es incluso más alta). En un ciclón sometido a grandes fuerzas centrífugas, el material denso (azufre) acaba en las paredes del ciclón, y el material ligero (agua), en la parte intermedia del ciclón.

En una realización, un procedimiento para recuperar (deshidratar) azufre comprende alimentar, a una temperatura elevada (p.ej., a 450°C), una mezcla gaseosa que contiene gas de azufre y vapor de agua, en un ciclón. La mezcla gaseosa puede contener, además, una pequeña cantidad de SO₂ y/o H₂S, debido al equilibrio químico de la reacción: $3 S + 2 H_2O \rightleftharpoons SO_2 + 2 H_2S$. Se lleva a cabo una separación ciclónica del gas de azufre y el vapor de agua contenidos en la mezcla gaseosa. La separación ciclónica implica obtener una fracción rica en gas de azufre mediante una abertura en la parte en forma de embudo del ciclón y una fracción rica en vapor de agua mediante un tubo de salida del ciclón. La separación puede ser parcial; de esta manera, la fracción rica en gas de azufre obtenida puede contener algo de vapor de agua, y la fracción rica en vapor de agua obtenida puede contener algo de gas de azufre.

La figura 1 ilustra un sistema de ciclón para llevar a cabo un procedimiento según una realización. El sistema comprende por lo menos un ciclón 1 que comprende una sección cilíndrica 11 y una sección en forma de embudo 9 en un extremo de la sección cilíndrica 11. El ciclón 1 está configurado para recibir, mediante una entrada 7, una mezcla gaseosa 2 (es decir, gas de alimentación 2) de gas de azufre y vapor de agua. El ciclón 1 está configurado para realizar una separación ciclónica de manera que puede obtenerse una fracción rica en gas de azufre 3 por una salida 5 (es decir, el grifo 5) en la parte en forma de embudo del ciclón 1, y una fracción rica en vapor de agua 4 puede obtenerse mediante un tubo de salida 10 (es decir, el buscador de vórtex 10) en el extremo del ciclón 1. Se establece un flujo de gas en rotación a alta velocidad dentro de un cuerpo de ciclón 13. El gas fluye en un patrón helicoidal, partiendo del "tope" del ciclón y terminando en el "extremo de fondo", seguido de la salida de gas más ligero del ciclón en una corriente rectilínea y/o turbulenta central por el tubo de salida 10 (es decir, el buscador de vórtex 10) del ciclón 1. El gas más denso en la corriente en rotación posee una inercia excesiva para seguir la curva cerrada de la corriente de gas, de manera que el gas más denso impacta en la pared 8 y fluye hasta el "fondo" del ciclón 1 y sale del ciclón 1 por el grifo 5 en la parte en forma de embudo 9 (en la punta del cono de la parte en forma de embudo 9).

Pueden utilizarse diversos tipos de ciclón. Por ejemplo, el ciclón puede comprender un canal de alimentación tangencial, envolvente (es decir, involucionado), parcialmente envolvente (es decir, parcialmente involucionado) o axial, en el que la entrada 7 permite una alimentación tangencial, envolvente, parcialmente envolvente o axial, respectivamente, de la mezcla gaseosa del ciclón. La entrada 7 puede implicar un orificio (que presenta, por ejemplo, una altura de 1D o menor, y una anchura de 0,5D o menor, donde D=diámetro de la sección cilíndrica 11 del ciclón) en la sección cilíndrica 11. El orificio puede ser un orificio rectangular o un orificio de cualquier otra forma. La altura de la sección cilíndrica puede ser 1D a 2D, por ejemplo. El tubo de salida 10 implica un elemento de tipo tubular 10 unido a la sección cilíndrica 11, en la que el elemento de tipo tubular 10 se extiende desde el interior de la sección cilíndrica 11 (bajo la entrada 7) hasta el exterior de la sección cilíndrica 11. El elemento de tipo tubular 10 también puede denominarse buscador de vórtex 10. La altura del embudo 9 (también pueden utilizarse otras formas en lugar de un embudo) puede ser 2D a 3D, por ejemplo. El gas se expande dentro del ciclón 1, de manera que la superficie de la sección transversal sumada del buscador de vórtex 10 y la abertura 5 (también denominada grifo 5) puede ser más grande que la superficie de la sección transversal de la entrada 7. La superficie de la sección transversal del grifo 5 puede ser más grande o no ser más grande que la superficie de la sección transversal del buscador de vórtex 10, dependiendo de la composición del gas de alimentación y las contrapresiones utilizadas en las salidas 5, 10.

El flujo de gas alimentado al ciclón 1 puede ser un flujo laminar con poca o ninguna turbulencia. El sistema de ciclón comprende un canal de alimentación 12 (con una longitud de 0,5 m, por ejemplo) dentro del cual se reduce la presión del gas, y se consigue un flujo rápido del gas (la reducción de la presión acelera el gas). El canal de alimentación 12 está conectado envolventemente con la sección cilíndrica 11 del ciclón 1 (alternativamente, el canal de alimentación 12 está conectado tangencialmente, axialmente o de manera parcialmente envolvente con la sección cilíndrica 11). El ciclón 1 comprende un buscador de vórtex 10 configurado para recoger el gas más ligero y evitar el cortocircuitado. El cuerpo del ciclón 13 comprende una sección cilíndrica 11 y una sección en forma de embudo 9. En la punta de la sección en forma de embudo 9 hay un grifo de válvula 5 por el que sale del ciclón 1 el material más pesado.

Típicamente, se forman dos vórtex separados dentro del ciclón. Un vórtex externo aparece en proximidad a las paredes del ciclón 8 y un vórtex interno aparece en el centro del ciclón 1. El buscador de vórtex 10 "encuentra" el vórtex interno (es decir, central) y desecha el material en el vórtex interno del ciclón 1 (mediante el buscador de vórtex 10).

Inicialmente, el buscador de vórtex 10 fuerza el flujo de gas hacia el grifo de válvula 5, causando de esta manera el movimiento inicial del gas hacia la sección en forma de embudo 9 (es decir, hacia la presión más baja en proximidad al grifo de válvula 5).

De esta manera, en una realización, puede extraerse una fracción rica en vapor de agua 4 mediante el buscador de vórtex 10 del ciclón 1 y una fracción rica en gas de azufre 3 acaba en la pared 8 del ciclón 1 y puede recogerse mediante el grifo de válvula 5. El gas de alimentación 1 / la fracción rica en gas de azufre obtenida 3 también puede contener H₂S y/o SO₂. H₂S es sólo dos veces más denso que el vapor de agua, por lo que una cantidad significativa de H₂S puede acabar en la fracción rica en vapor de agua 4. SO₂ es prácticamente cuatro veces más denso que el vapor de agua, aunque todavía puede acabar una cantidad significativa de SO₂ en la fracción rica en vapor de agua 4.

En una realización, la parte "de tope" del ciclón 1 puede incluir varios puertos de salida concéntricos (tubos de salida (buscadores de vórtex)) dedicados a las fracciones de gas ligero (tales como H₂O, H₂S y SO₂) (no mostrados en la figura 1). De esta manera, los gases más ligeros (tales como H₂O, H₂S y SO₂) pueden separarse por lo menos parcialmente unos de otros mediante tuberías de salida dedicadas.

En una realización, se utiliza una pluralidad de ciclones en serie, en la que la separación de las fracciones puede potenciarse mediante la utilización de la pluralidad de ciclones en serie. En ese caso, la fracción rica en gas de azufre (y/o la fracción rica en vapor de agua) obtenida de un primer ciclón se utiliza como la mezcla gaseosa que debe alimentarse en un segundo ciclón en el sistema de ciclones.

En una realización, se utiliza una pluralidad de ciclones en paralelo para incrementar la capacidad del sistema de ciclones.

Por ejemplo, puede utilizarse un diámetro de ciclón de 2 cm con una entada de 3 mm de altura 7 para conseguir una separación suficiente de los gases. Los tamaños de las salidas y las contrapresiones pueden basarse en un intervalo de corte deseado. Para generar una velocidad de rotación, puede resultar necesaria una presión incrementada del gas de alimentación 2 para crear un gradiente de presiones. Por ejemplo, puede utilizarse un intervalo de presiones de alimentación de 0,5 bar a 20 bar, preferentemente de 3 bar a 10 bar, más preferentemente de 3 bar a 6 bar.

En el ciclón, el gas de azufre puede presentar una densidad media de aproximadamente 14 g/l; el vapor de agua puede presentar una densidad de aproximadamente 1,4 g/l; el SO₂ puede presentar una densidad de aproximadamente 5 g/l y H₂S puede presentar una densidad de aproximadamente 2,5 g/l. Una aceleración centrífuga elevada en el ciclón puede superar la mezcla inducida por la energía térmica y separar los gases por densidad.

El gas también puede considerarse moléculas individuales cada una de las cuales presenta un volumen a la misma temperatura y presión. En el ciclón 1, la fuerza centrífuga afecta a las moléculas. La aceleración causada por la fuerza centrífuga puede calcularse mediante la fórmula $a=v^2/r$, en la que a =aceleración, v =velocidad tangencial de la masa y r =distancia de la masa respecto del grifo. Con una velocidad de entrada de 250 m/s (la mezcla de gases 2 se alimenta tangencialmente respecto al borde (es decir, la pared 8) del ciclón 1) y con el radio más grande, $r=0.01$ m, se obtiene una aceleración de 625.000 m/s². En el ciclón 1, el gas más denso se comprimido contra los bordes 8 del ciclón 1 y hacia el exterior del ciclón 1 por el grifo de válvula 5. El gas más ligero acaba en el centro del ciclón 1 y sale del ciclón 1 por el buscador de vórtex 10.

Una velocidad tangencial más alta y un diámetro relativamente pequeño del ciclón pueden incrementar el nivel de segregación del procedimiento de centrifugación de los gases, debido a la aceleración incrementada. Por ejemplo, puede utilizarse un diámetro de ciclón de 2 cm a 10 cm y una presión de alimentación de 10 bar. Una parte de la presión se utiliza para obtener la velocidad deseada (tal como una velocidad tangencial de 250 m/s). En un procedimiento a escala industrial, puede utilizarse una gran cantidad de ciclones en paralelo para poder procesar cantidades grandes de gas de azufre 3. Puede obtenerse un nivel de segregación más alto con un ciclón de 2 cm de diámetro comparado con un diámetro de 10 cm de diámetro. Una presión de 10 bar o menos resulta más adecuada para procedimientos a escala industrial, ya que resulta más fácil de producir; pueden utilizarse temperaturas más bajas (no hay riesgo de condensación del azufre) y se consume menos energía para la compresión. Sin embargo, también puede utilizarse una presión superior o inferior a 10 bar.

La fracción rica en vapor de agua obtenida 4 puede contener moléculas más ligeras de gas de azufre. En el caso de que la fracción rica en vapor de agua 4 se expulse para alcanzar un equilibrio de los gases, las moléculas más ligeras de gas de azufre reaccionarán formando moléculas más pesadas de gas de azufre, de manera que podrán separarse del vapor de agua mediante múltiples ciclones conectados en serie. En el caso de que la fracción rica en vapor de agua 4 no se expulse para obtener un equilibrio de los gases antes de alimentarla al siguiente ciclón, la separación del gas de azufre respecto del vapor de agua todavía se consigue, aunque con una eficiencia reducida.

En una realización, el tamaño (es decir, el diámetro, la altura y la anchura) de las salidas 5, 10 y la entrada 7 del ciclón

1 pueden seleccionarse basándose en las características del gas de alimentación 2 (p.ej., en las cantidades relativas de las diferentes moléculas (H_2O , S_8 , H_2S , SO_2 , etc.) en el gas de alimentación 2).

En una realización, las contrapresiones de las salidas 5, 10 en el ciclón 1 pueden ajustarse basándose en las características del gas de alimentación 2 (p.ej., en las cantidades relativas de las diferentes moléculas (H_2O , S_8 , H_2S , SO_2 , etc.) en el gas de alimentación 2).

De esta manera, en una realización, puede separarse una corriente de gas de azufre/vapor de agua 2 en una corriente rica en gas de azufre 3 y una corriente rica en vapor de agua 4. Lo anterior resulta ventajoso especialmente en el caso de que el procedimiento que posteriormente utiliza la corriente rica en gas de azufre obtenida 3 no puede aguantar el exceso de humedad.

Se utiliza una temperatura del gas de alimentación que es superior a la temperatura de condensación del azufre (de manera que no se condensa azufre), aunque preferentemente próxima a la temperatura de condensación del azufre. La temperatura puede seleccionarse basándose en la presión parcial del azufre en el gas de alimentación y la presión total de la mezcla gaseosa. Por ejemplo, con una presión parcial de azufre de aproximadamente 4 bar, puede utilizarse una temperatura de aproximadamente 630°C. Con una presión parcial de 20 bar de azufre, la temperatura puede ser incluso superior. Una presión parcial típica del azufre puede ser de 2 bar, en la que una temperatura de aproximadamente 530°C puede resultar suficiente. Con un contenido de vapor de agua elevado y/o una presión de alimentación baja, 450°C o incluso una temperatura más baja puede resultar suficiente.

En una realización, puede utilizarse un ciclón vertical, un ciclón horizontal o cualquier otro tipo de ciclón.

El ejemplo siguiente es ilustrativo de una realización, no limitativo de la misma. Suponiendo una corriente de gas de alimentación, a una temperatura de 520°C, que contiene, por ejemplo, 30 kg/h de gas de azufre, 7 kg/h de vapor de agua, 3 kg/h de SO_2 y 0,3 kg/h de H_2S ; en una presión atmosférica, a una temperatura de 520°C, éstas presentan los volúmenes siguientes: 10 m³/h de gas de azufre, 20 m³/h de vapor de agua, 3 m³/h de SO_2 y 0,4 m³/h de H_2S . Una vez presurizado a una presión absoluta de 5 bar para el ciclón, el volumen total puede reducirse a 7 m³/h. Un canal de alimentación rectilíneo con secciones transversales de 4 mm por 8 mm puede incrementar la velocidad del gas mediante reducción de la presión y alimentar el ciclón por un puerto de alimentación envolvente (entrada 7). El ciclón puede presentar un diámetro de 2 cm. La fracción rica en vapor de agua procedente del ciclón puede contener 3 kg/h de gas de azufre, 5 kg/h de vapor de agua, 1 kg/h de SO_2 y 0,2 kg/h de H_2S ; y la fracción rica en gas de azufre que sale del ciclón puede contener 27 kg/h de gas de azufre, 2 kg/h de vapor de agua, 2 kg/h de SO_2 y 0,1 kg/h de H_2S . De esta manera, la proporción molar de agua-azufre puede caer de 0,41 a 0,13.

Resultará evidente para el experto en la materia que, a medida que avance la tecnología, el concepto inventivo podrá implementarse de diversas maneras. Las realizaciones no se encuentran limitadas a los ejemplos indicados anteriormente, sino que pueden variar dentro del alcance según las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para deshidratar el azufre, en el que el procedimiento comprende alimentar una mezcla gaseosa (2) a una temperatura elevada en un ciclón (1), en el que la mezcla gaseosa (2) contiene gas de azufre y vapor de agua, y llevar a cabo la separación ciclónica del gas de azufre y vapor de agua contenidos en la mezcla gaseosa (2), de manera que:
 - se obtiene una fracción rica en gas de azufre (3) mediante un grifo de válvula (5) del ciclón (1), y
 - se obtiene una fracción rica en vapor de agua (4) mediante un buscador de vórtex (10) del ciclón (1), en el que dicha temperatura elevada es superior a la temperatura de condensación del gas de azufre.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la fracción rica en gas de azufre (3) se obtiene mediante una sección en forma de embudo (9) del ciclón (1).
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que dicha temperatura elevada es de 450°C a 630°C.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, 2 o 3, en el que la fracción rica en vapor de agua (4) y/o la fracción rica en gas de azufre (3) contiene además H₂S y/o SO₂.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el procedimiento comprende la utilización de una pluralidad de ciclones en serie y/o en paralelo.
6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el procedimiento comprende la utilización de una pluralidad de ciclones en serie, en el que la fracción rica en gas de azufre y/o la fracción rica en vapor de agua obtenidas de un primer ciclón se utilizan como la mezcla gaseosa (2) que debe alimentarse en un segundo ciclón.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el ciclón (1) incluye una pluralidad de buscadores de vórtex concéntricos, estando dedicado cada uno de la pluralidad de buscadores de vórtex concéntricos a una fracción específica de gas ligero que debe separarse.
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que una sección cilíndrica del ciclón presenta un diámetro inferior a 20 cm, preferentemente de 2 cm.
9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la mezcla gaseosa (2) se alimenta en el ciclón mediante un canal de alimentación envolvente, un canal de alimentación parcialmente envolvente, un canal de alimentación tangencial o un canal de alimentación axial.
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la mezcla gaseosa (2) se alimenta en el ciclón mediante una entrada con una altura de 1D o inferior y una anchura de 0,5D o inferior, en el que D es el diámetro de una sección cilíndrica del ciclón.
11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el procedimiento comprende utilizar una presión de alimentación de la mezcla gaseosa en el ciclón de 0,5 bar a 20 bar, preferentemente de 3 bar a 6 bar

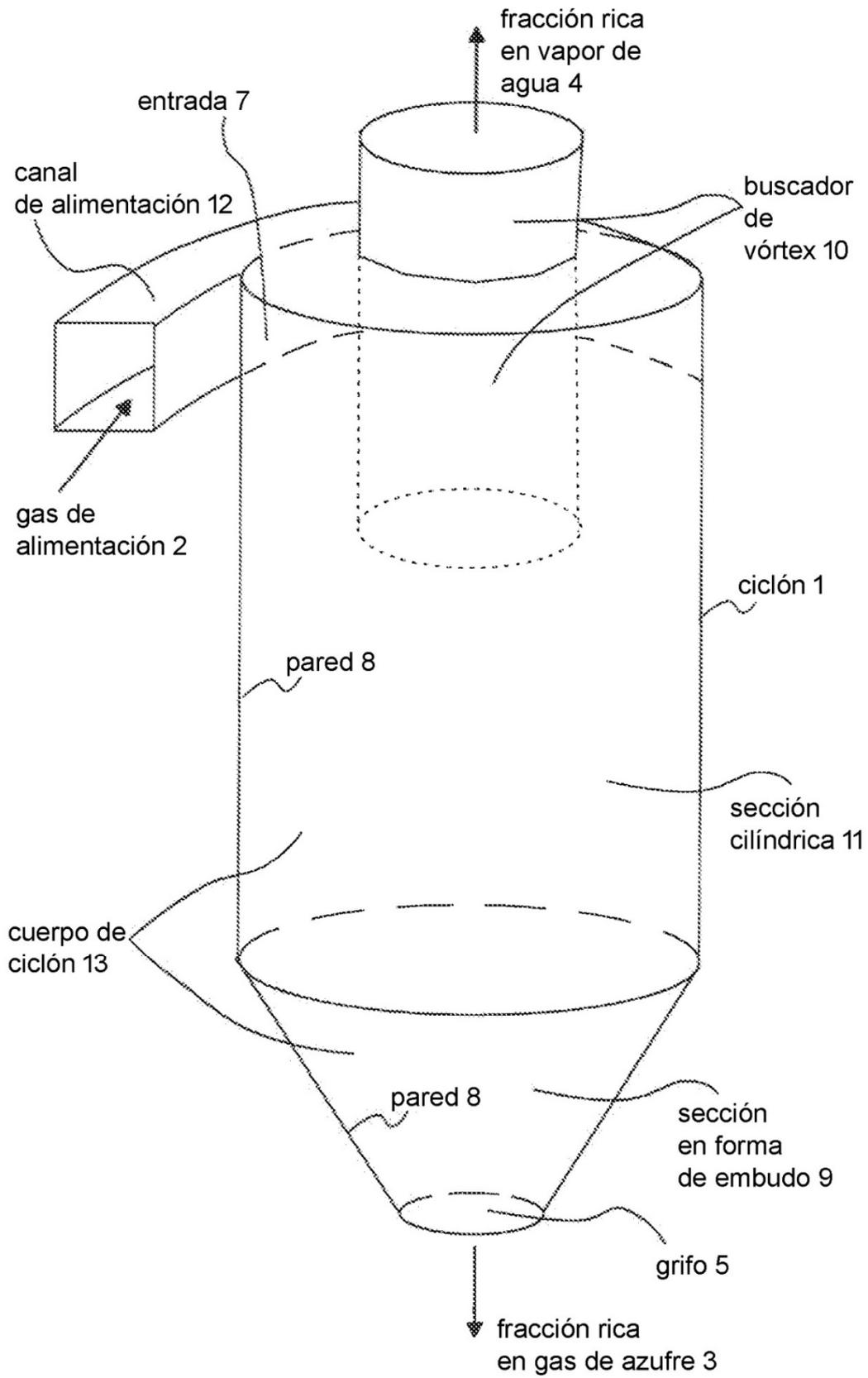


Fig. 1