

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 554 179**

51 Int. Cl.:

C01B 17/54 (2006.01)

C01B 17/76 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2009 E 09014862 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.11.2015 EP 2330075**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de ácido sulfúrico**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.12.2015

73 Titular/es:

**BAYER INTELLECTUAL PROPERTY GMBH
(100.0%)
Alfred-Nobel-Strasse 10
40789 Monheim, DE**

72 Inventor/es:

**ERKES, BERND;
KÜR TEN, MARTIN;
WEBER, TORSTEN y
FÖRTSCH, DIETER, DR.**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 554 179 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

Procedimiento para la preparación de ácido sulfúrico

5 La presente invención se refiere al ámbito de la preparación de ácido sulfúrico. Es objeto de la presente invención un procedimiento y un dispositivo para la preparación continua de ácido sulfúrico por una reacción de varias etapas de un compuesto de azufre como, por ejemplo, azufre y/o sulfuro de hidrógeno con oxígeno.

El ácido sulfúrico es uno de las sustancias químicas fundamentales más importantes y era hasta hace algunos años frecuentemente un indicador del desarrollo económico de un país (*Sulfuric Acid and Sulfur Trioxide*, H. Müller, en *Ullmanns Encycl. of Industrial Chemistry*, VCH, Weinheim, 2005).

10 Se usa ácido sulfúrico, por ejemplo, en la preparación de fertilizantes, en la petroquímica, la técnica de refinería, la química, la preparación de colorantes, en el ámbito de la disgregación de minerales y en la metalurgia.

15 En los libros de texto de química, se describe la preparación de ácido sulfúrico a escala industrial como un procedimiento de tres etapas. En la primera etapa, se genera dióxido de azufre, que se oxida a trióxido de azufre en la segunda etapa. El trióxido de azufre forma ácido sulfúrico al introducirse en agua. Puesto que la reacción entre trióxido de azufre y agua transcurre lentamente en comparación, se conduce por lo general trióxido de azufre en la tercera etapa del procedimiento de tres etapas en ácido sulfúrico.

La formación de dióxido de azufre se realiza a escala industrial por lo general o por combustión de azufre elemental o por corrosión de sulfuros que se producen en la fundición de minerales de metales no ferrosos (sobre todo, cobre, cinc y plomo). Además, existen numerosos gases de proceso que contienen dióxido de azufre (por ejemplo, gases de humo, gases de fisión y gases FCC (gas de craqueo catalítico fluidizado (*fluidized-catalytic-cracking gas*)).

20 El porcentaje de azufre elemental de ácido sulfúrico nuevo ha aumentado continuamente con el transcurso de los años y está ahora por encima del 60 % (Büchel, Moretto, Woditsch, *Ind. Anorgan. Chemie*, 3ª edición, Wiley VCH, 1999). Asimismo, el dióxido de azufre también puede formarse por combustión de sulfuro de hidrógeno.

25 La combustión de un compuesto de azufre a dióxido de azufre debería realizarse con un elevado porcentaje de oxígeno en el gas de combustión, preferentemente con oxígeno puro. La combustión en aire como, por ejemplo, está descrita en el documento EP0762990B1, tiene el inconveniente de que se originan óxidos nítricos que deben eliminarse para evitar emisiones nocivas. Además, por el elevado porcentaje de nitrógeno en el aire, son necesarios grandes dimensiones del aparato y elevados rendimientos del ventilador.

30 La reacción $\text{SO}_2 + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightarrow \text{SO}_3$ es una reacción de equilibrio, que solo a temperaturas bajas está en el lado del trióxido de azufre deseado. Sin embargo, a temperaturas bajas, la velocidad de reacción es comparativamente escasa, de manera que no resulta económica una oxidación directa del dióxido de azufre. Por eso, la oxidación del dióxido de azufre a trióxido de azufre se realiza a escala industrial, por ejemplo, por un procedimiento catalizado (procedimiento de contacto) o un procedimiento nitroso.

35 Las distintas modificaciones del procedimiento de contacto en las que se oxida una mezcla de gas que contiene dióxido de azufre con aire en presencia de un catalizador para dar trióxido de azufre y posteriormente se hace reaccionar a ácido sulfúrico, han alcanzado, a este respecto, una importancia dominante.

40 En el denominado procedimiento de doble contacto, después de una primera reacción de dióxido de azufre y oxígeno en una primera etapa de contacto, se realiza una absorción intermedia del trióxido de azufre obtenido antes de que el gas residual que permanece se conduzca de nuevo a través de una capa de contacto (véase, por ejemplo, el documento especial de exposición DE1181181B1). Por ello se consiguen volúmenes más elevados de dióxido de azufre del 99,7 % hasta el 99,9 %.

Sería deseable poder preparar ácido sulfúrico en un único procedimiento continuo por oxidación en dos etapas de un compuesto de azufre, debiendo usarse para las dos etapas de oxidación (compuesto de azufre \rightarrow dióxido de azufre, dióxido de azufre \rightarrow trióxido de azufre) un gas de combustión con un elevado porcentaje de oxígeno, preferentemente oxígeno puro.

45 Sin embargo, no se conoce actualmente ninguna instalación industrial en la que se haga reaccionar continuamente para dar ácido sulfúrico un compuesto de azufre tal como azufre elemental y/o sulfuro de hidrógeno en un gas de combustión con un elevado porcentaje de oxígeno.

50 La reacción directa de un compuesto de azufre tal como azufre elemental y/o sulfuro de hidrógeno para dar ácido sulfúrico en un gas de combustión con un elevado porcentaje de oxígeno en un proceso continuo en condiciones económicas y en términos de disposiciones de emisión y de seguridad resulta técnicamente complicada.

Esto se basa, entre otras cosas, en que las primeras dos etapas de procedimiento (preparación de dióxido de azufre y oxidación del dióxido de azufre a trióxido de azufre) deben coordinarse entre sí de manera sensata para realizar un procedimiento económico. En este caso, los problemas que se presentan en el ajuste están esbozados brevemente.

5 La oxidación $\text{SO}_2 + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightarrow \text{SO}_3$ se realiza como se ha descrito, por lo general, catalíticamente, por ejemplo, en un catalizador de pentóxido de vanadio de uso comercial con o sin cesio (por ejemplo, un catalizador $\text{V}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ activado del tipo 04-110 de la empresa BASF) en una ventana de temperatura de $T = 380^\circ\text{C} - 650^\circ\text{C}$. Se conoce que a $< 380^\circ\text{C}$, el catalizador no alcanza la temperatura de ignición necesaria. Para estar seguro de que el catalizador arranca en un proceso guiado adiabáticamente y puede accionarse de manera autotérmica, la temperatura de entrada de gas debe estar, por tanto, $T > 380^\circ\text{C}$ y el contenido de SO_2 a $>$ aprox. el 4 % en volumen.

10 Además, se conoce que el catalizador se daña de manera irreversible a $T 630^\circ\text{C}$. Puesto que la oxidación de dióxido de azufre con oxígeno a trióxido de azufre discurre de manera exotérmica, la concentración de dióxido de azufre y/u oxígeno en la mezcla de reacción se mantiene baja. Para la prevención del daño irreversible del catalizador, se accionan por eso, de acuerdo con el estado de la técnica, los procedimientos de contacto conocidos por lo general con los contenidos de SO_2 de $< 13,5\%$ en volumen en el gas de salida (véase, por ejemplo, el documento DE10249782A1).

15 En el documento WO2008/052649A1 está descrito un procedimiento catalítico y un dispositivo para la oxidación de dióxido de azufre en el que pueden usarse elevadas concentraciones de dióxido de azufre de hasta el 66 % en volumen. Esto se consigue por el uso de un denominado aparato tubular de contacto. Un aparato tubular de contacto es un intercambiador térmico vertical de varios tubos de doble revestimiento que presentan respectivamente un tubo interior y un tubo exterior, siendo llenado un catalizador en el tubo interior, y realizándose la transferencia de calor alrededor de este tubo interior/tubo de reacción por un medio de refrigeración preferentemente guiado en la corriente continua en el espacio intermedio del tubo interior y exterior. Por la disipación de calor intensa puede evitarse de manera efectiva un aumento de temperatura indeseado en el ámbito del daño del catalizador incluso en elevadas concentraciones de dióxido de azufre.

20 Si las mezclas de gas debieran trabajarse con un porcentaje del 30 al 66 % en volumen de dióxido de azufre en el aparato tubular de contacto, se añade aire y/u oxígeno técnico dependiendo de la composición de gas en la entrada a la corriente de entrada. A este respecto, la relación de volumen de O_2 a SO_2 en el gas de contacto es, por lo general, de 0,5 a 1,2, preferentemente de 0,7 a 0,9.

25 La combustión del compuesto de azufre para dar dióxido de azufre en la primera etapa de procedimiento debería, por consiguiente, de acuerdo con el estado de la técnica, realizarse de manera que la mezcla de gas obtenida presente una concentración en el intervalo de más del 4 % en volumen y menos del 66 % en volumen para poder convertirse una instalación de contacto en oxidación con preferentemente suministro de oxígeno puro.

30 La combustión de un compuesto de azufre como, por ejemplo, azufre elemental y/o sulfuro de hidrógeno es asimismo exotérmica. Para evitar que el calor liberado en la reacción perjudique la instalación o partes de la instalación (por ejemplo, por formación de sulfuro de hierro) es necesario un límite de temperatura. Para esto, se propone en la divulgación DE10351808A1 volver a llevar una parte del SO_2 que se produce para la dilución de la mezcla de reacción. En el procedimiento resultante de esta propuesta se conducen aprox. el 80 % en peso del SO_2 que sale de la cámara de combustión como gas circular. Por el elevado porcentaje del gas de circulación son necesarios elevados rendimientos del ventilador y grandes dimensiones del aparato o cortes transversales de la tubería, lo cual daría como resultado un procedimiento poco económico.

35 Si conectara previamente al procedimiento propuesto en el documento DE10351808A1 una instalación de contacto, podría expulsarse hacia fuera solo un pequeño porcentaje (aprox. el 20 %) del SO_2 producido en la primera etapa y suministrarse a un procedimiento de contacto conocido de acuerdo con el estado de la técnica. Este pequeño porcentaje debería además diluirse para no sobrepasar el porcentaje de volumen de SO_2 máximo exigido.

40 El documento DE2159789A1 revela la combustión de azufre con oxígeno a SO_2 con posterior reacción a SO_3 para la preparación de ácido sulfúrico. En un reactor, el azufre reacciona con oxígeno puro en varias etapas de contacto dispuestas una después de otra. A este respecto, la mezcla de gas se enfría después de cada etapa. Sin embargo, con el procedimiento desvelado en el documento DE2159789A1 no es posible llevar a cabo la oxidación catalítica de dióxido de azufre a trióxido de azufre en solo una única etapa de contacto.

45 De ello se manifiesta que es un problema técnico no trivial integrar la combustión de un compuesto de azufre como azufre elemental y/o sulfuro de hidrógeno en un gas de combustión con un elevado porcentaje de oxígeno a dióxido de azufre y la oxidación posterior a trióxido de azufre en un único procedimiento total continuo que puede accionarse y desde puntos de vista económicos.

50 A este respecto, la integración de todas las etapas de procedimiento tendría ventajas en un único proceso continuo. Si fuera posible ajustar las etapas de procedimiento una tras otra de manera sensata técnica y económicamente, podría producirse ácido sulfúrico especialmente rentable y casi sin emisiones en una recirculación claramente menor en comparación con el estado de la técnica y, por consiguiente, en una instalación comparativamente compacta sin almacenamiento temporal de productos intermedios (SO_2).

55 Por eso, partiendo del estado de la técnica descrito, se plantea el objetivo de poner a disposición un procedimiento continuo y un dispositivo para la preparación de ácido sulfúrico partiendo de un compuesto de azufre combustible

como, por ejemplo, azufre elemental y/o sulfuro de hidrógeno. En el procedimiento, se usará como oxidante un gas de combustión con un elevado porcentaje de oxígeno puro para que, por una parte, de ninguna manera puedan surgir emisiones nocivas que aparecerían, por ejemplo, con el uso de aire como oxidante. Por otra parte, el gas de combustión con un mayor porcentaje de oxígeno que el porcentaje en el aire tendría la ventaja de que podrían reducirse las dimensiones de los aparatos y serían necesarios menores rendimientos del ventilador. En el procedimiento buscado y el dispositivo buscado, la combustión de un compuesto de azufre se realizará de tal manera que el dióxido de azufre producido puede suministrarse directamente, es decir, sin purificación, dilución y/o concentración, a la siguiente etapa de procedimiento, la reacción para dar trióxido de azufre. El procedimiento funcionará a escala industrial en condiciones económicas.

De acuerdo con la invención, este objetivo se resuelve por un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 independiente y un dispositivo de acuerdo con la reivindicación 7 independiente. Formas de realización preferentes se encuentran en las reivindicaciones dependientes.

Un primer objeto de la presente invención es, por tanto, un procedimiento continuo para la preparación de ácido sulfúrico partiendo de azufre elemental y/o de un compuesto de azufre y un gas de combustión que contiene oxígeno, que comprende las etapas de:

- (a) reacción del azufre elemental y/o del compuesto de azufre con un gas de combustión que contiene oxígeno en una cámara de combustión con la formación de dióxido de azufre,
- (b) oxidación catalítica del dióxido de azufre de la etapa (a) con la formación de trióxido de azufre,
- (c) absorción y/o condensación del trióxido de azufre de la etapa (b) en ácido sulfúrico, caracterizado porque la reacción del azufre elemental y/o del compuesto de azufre con el gas de combustión que contiene oxígeno en la etapa (a) tiene lugar en varias zonas dentro de la cámara de combustión, eliminándose entre las zonas calor de reacción procedente de la reacción del compuesto de azufre con el gas de combustión que contiene oxígeno para que la temperatura dentro de la cámara de combustión no sobrepase 2000 °C, porque la etapa (b) se lleva a cabo en un aparato tubular de contacto en una única etapa de contacto y una parte de la corriente de gas que resulta después de la absorción del trióxido de azufre en la etapa (c), que contiene cantidades sin reaccionar de dióxido de azufre y oxígeno, se vuelve a llevar a la cámara de combustión de la etapa (a), y ascendiendo la relación de masa de O₂ con respecto a los componentes no aprovechables para la preparación de ácido sulfúrico en la mezcla de gas que se conduce a la cámara de combustión a al menos 30:70.

Por ácido sulfúrico se entiende a continuación cualquier mezcla o cualquier compuesto de SO₃ y agua. Especialmente, no se distingue entre los conceptos ácido sulfúrico, ácido sulfúrico concentrado, ácido sulfúrico con alta concentración, óleum y ácido piro-sulfúrico. El concepto ácido sulfúrico comprende todos estos conceptos.

Por un compuesto de azufre se entiende, en este caso, una sustancia que contiene azufre o una mezcla de sustancias que contiene azufre que puede hacerse reaccionar con oxígeno con la formación de dióxido de azufre. Ejemplos de compuestos de azufre son azufre elemental, sulfuro de hidrógeno, disulfuro de carbono (CS₂) y sulfuro de carbonilo (COS).

El azufre elemental puede presentarse, dependiendo de las condiciones ambientales como presión y temperatura, en distintos estados de agregación (sólido, líquido, gaseoso) y/o modificaciones (por ejemplo, azufre ortorrómbico o monoclinico). Cuando, en este caso, se habla de azufre o azufre elemental, no se diferencia entre modificaciones de este tipo; más bien, todos los estados de agregación, modificaciones y mezclas de las mismas posibles entran en los términos usados en este caso.

Además, los términos usados en este caso como, por ejemplo, oxígeno, compuesto de azufre y azufre, no deberían entenderse de tal manera que estas materias existan en estado puro. Como conoce el experto, las materias presentan respectivamente según el origen y el procedimiento de preparación una cantidad menor o mayor de impurezas.

Un procedimiento continuo en el sentido de esta invención es un procedimiento en el que la adición de los eductos en un reactor y la descarga de los productos desde el reactor tiene lugar simultáneamente pero separada en el espacio, mientras que en un procedimiento discontinuo, la adición de secuencia de reacción de los eductos, reacción química y descarga de los productos transcurre sucesivamente en el tiempo. El modo de procedimiento continuo resulta ventajoso económicamente, puesto que se evitan tiempos de inactividad del reactor como consecuencia de procesos de llenado y vaciado y tiempos de reacción prolongados, por ejemplo, como consecuencia de normas de seguridad o como consecuencia de procesos de calentamiento y refrigeración, como surgen en procedimientos por lotes.

En el compuesto de azufre en la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención, se trata preferentemente de una sustancia o una mezcla de sustancias que comprende azufre elemental y/o sulfuro de hidrógeno. La mezcla de sustancias presenta preferentemente un elevado porcentaje de un compuesto de azufre para mantener al mínimo el porcentaje de subproductos que se producen en la combustión y que deben eliminarse y/o sacarse opcionalmente de la mezcla de producto. Si se usa un compuesto de azufre que comprende sulfuro de hidrógeno como material de origen, ya un porcentaje del 50 % en peso de H₂S puede dar como resultado un procedimiento económico.

Preferentemente, el porcentaje de compuesto de azufre en el material de origen, que se suministra a la combustión, está por encima del 50 % en peso, más preferentemente en al menos el 90 % en peso, incluso más preferentemente en al menos el 95 % en peso e idealmente en al menos el 98 % en peso.

5 La combustión de azufre elemental tiene la ventaja de que no surge ningún otro producto además del dióxido de azufre deseado. Por eso, se usa preferentemente una sustancia o una mezcla de sustancias con un elevado porcentaje de al menos el 90 % en peso, más preferentemente de al menos el 95 % en peso, incluso más preferentemente de al menos el 98 % en peso de azufre elemental como compuesto de azufre.

10 La reacción del compuesto de azufre en la etapa (a) se realiza en un gas de combustión que contiene un contenido lo más elevado posible de oxígeno y un contenido lo más bajo posible de componentes no aprovechables para la preparación de ácido sulfúrico como, por ejemplo, nitrógeno, dióxido de carbono, agua y/o gases nobles para evitar emisiones nocivas, grandes dimensiones de los aparatos y elevados rendimientos del ventilador. Los componentes no aprovechables también se denominan en lo sucesivo como X.

15 La relación de masa de $O_2:X$ en la mezcla de gas que se suministra a la cámara de combustión es de al menos 30:70, preferentemente de al menos 50:50, más preferentemente de al menos 70:30, incluso más preferentemente de al menos 90:10, idealmente de al menos 95:5.

20 Por la concentración comparativamente elevada de oxidantes, la combustión del compuesto de azufre se realiza con velocidad más elevada que en una combustión en aire y el aumento de temperatura resultante es mayor. Existe el peligro de que la temperatura en la cámara de combustión suba a valores en los que se dañen la instalación o partes de la instalación (paredes interiores de la cámara de combustión, toberas para la adición de los componentes de reacción, etc.).

De acuerdo con la invención, se distribuye por lo tanto la reacción del compuesto de azufre con oxígeno dentro de la cámara de combustión en varias zonas de reacción. Entre estas zonas de reacción se elimina una parte del calor de reacción que se produce en la reacción, de manera que la temperatura máxima dentro de la cámara de combustión no sobrepasa un valor de 2000 °C.

25 La expresión de que se elimina una parte del calor de reacción que se produce en la reacción debería entenderse, en este caso, de manera que esta parte constituya el 100 % o menos.

30 De acuerdo con la invención, la combustión del compuesto de azufre se lleva a cabo, por lo tanto, de manera que la reacción no tiene lugar en un único lugar (continuo) - en lo sucesivo, también denominado zona (de combustión) -, sino que se reparte por varios lugares/zonas dentro de la cámara de combustión. Con ello se reparte también la liberación de calor de reacción por varias zonas. En estas zonas, se libera una fracción correspondiente del calor de reacción total. Esta fracción puede eliminarse mejor por medidas adecuadas y la temperatura en la cámara de reacción puede controlarse mejor que si toda la conversión de reacción tuviera lugar en una única zona de combustión continua. A este respecto, los lugares de reacción/zonas de combustión están separados entre sí de manera que entre las zonas tiene lugar una disipación de calor. La separación de las zonas de reacción entre sí se realiza de acuerdo con la invención, por consiguiente, por medios adecuados para la disipación de una parte del calor de reacción que se produce en las respectivas zonas, por ejemplo, mediante intercambiadores de calor.

La cámara de combustión presenta preferentemente una cantidad de zonas de combustión en el intervalo de 2 a 8, más preferentemente en el intervalo de 3 a 5.

40 La división de acuerdo con la invención de la reacción total entre el compuesto de azufre y oxígeno en varias reacciones individuales que transcurren paralelamente puede conseguirse, por ejemplo, por que una corriente de gas principal que comprende oxígeno se guía por la cámara de combustión y se añaden uno o varios compuestos de azufre, por ejemplo, por toberas en varios puntos a lo largo de la dirección de corriente de esta corriente de gas.

45 La reacción del compuesto de azufre con oxígeno se realiza muy próxima a los sitios de adición en las zonas de combustión. De acuerdo con la invención, entre las zonas de combustión se encuentran intercambiadores de calor que eliminan una parte de la zona de reacción liberada en una zona de combustión.

Por zona de combustión puede agregarse un compuesto de azufre o pueden agregarse varios compuestos de azufre por uno o varios sitios de adición en la cámara de combustión.

El número de sitios de adición por zona de combustión está preferentemente en el intervalo de 1 a 8, más preferentemente en el intervalo de 2 a 6, incluso más preferentemente en el intervalo de 3 a 5.

50 La temperatura de ignición del azufre está respectivamente, según la concentración de oxígeno en la fase de gas y el tamaño de las gotas/partículas del compuesto de azufre repartido lo más finamente posible, por encima de aproximadamente 260 °C.

Por la cantidad de compuesto de azufre introducido por unidad de tiempo en la corriente de gas principal, se puede controlar el desarrollo de calor en cada zona de combustión. A este respecto, se ajustan la dosificación del

compuesto de azufre en cada zona de combustión y la disipación de calor entre las zonas de combustión de tal manera que la temperatura máxima en cada zona de combustión no sobrepasa 2000 °C.

5 La mezcla de gas resultante de la combustión se enfría a una temperatura de 380 °C a 450 °C antes de suministrarse a la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención. Preferentemente, la adición de azufre en la cámara de combustión y la disipación de calor entre las zonas de combustión se realiza de tal manera que se ajusta un gradiente de temperatura en la cámara de combustión en la dirección de corriente. De esta manera, se ajusta en una primera zona de combustión, que pasa la corriente de gas principal como primera, preferentemente la corriente de masa más elevada de compuesto de azufre, que da como resultado una temperatura lo más elevada posible en la cámara de combustión. Esta temperatura máxima más elevada es de 2000 °C o menor. La temperatura máxima en la primera etapa de combustión está preferentemente en el intervalo de 1200 °C a 2000 °C, más preferentemente en el intervalo de 1600 °C a 1900 °C.

En las zonas de combustión siguientes en la dirección de corriente de la corriente de gas principal, se reduce sucesivamente la temperatura máxima.

15 La temperatura de la mezcla de gas está al abandonar la última zona de combustión preferentemente en el intervalo de 500 °C a 850 °C.

Los intercambiadores de calor dispuestos entre las zonas de combustión emplean preferentemente agua líquida y/o una mezcla de vapor de agua de dos fases para la refrigeración.

20 En una forma de realización especialmente preferente, está intercalado un intercambiador de calor a la última zona de combustión, el cual emplea el vapor recalentado para la refrigeración. La temperatura en la última zona de combustión se ajusta preferentemente por la corriente de masas al compuesto de azufre dosificado de tal manera que en intercambiadores de calor intercalados puede generarse vapor recalentado sobrecalentado para la propulsión de una turbina.

25 De manera sorprendente, se comprobó que la temperatura de la corriente de gas que se suministra a la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención puede modificarse en un intervalo comparativamente amplio, sin que esto tenga una influencia negativa en la conversión del procedimiento de acuerdo con la invención. Por eso, la combustión de un compuesto de azufre en la última zona de combustión puede llevarse a cabo de manera que se produzca un balance de energía/calor óptimo del procedimiento.

La temperatura del vapor recalentado se mantiene preferentemente en el intervalo de 400 °C a 450 °C para evitar la formación de sulfuro de hierro.

30 El compuesto de azufre puede agregarse en la cámara de combustión según la naturaleza en estado sólido, líquido o gaseoso. El sulfuro de hidrógeno se agrega en la cámara de combustión normalmente en estado gaseoso.

Toda la combustión del compuesto de azufre se realiza en el exceso de oxígeno. La concentración de oxígeno en la corriente de gas disminuye normalmente a lo largo de la dirección de corriente de zona de combustión a zona de combustión.

35 La cantidad agregada de oxígeno por la corriente de gas principal y la corriente de dosificación está ajustada preferentemente de manera que, para la oxidación catalítica posterior de dióxido de azufre a trióxido de azufre en la etapa (b), ya no debe suministrarse más oxígeno. La cantidad total de oxígeno necesaria para la preparación de ácido sulfúrico se emplea, por lo tanto, completamente en la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención.

40 La mezcla de gas que sale de la cámara de combustión contiene preferentemente dióxido de azufre y oxígeno en la relación de volumen de 0,5 a 1,5, preferentemente de 0,8 a 0,9.

Una mezcla de gas con una relación de volumen de oxígeno y dióxido de azufre de preferentemente más de 0,8 puede suministrarse inmediatamente después en el procedimiento de contacto descrito, sin que requiera una dilución y/o un suministro de oxígeno y/o dióxido de azufre adicionales.

45 Para la refrigeración y/o dilución pueden suministrarse a la corriente de gas principal en la etapa (a) cantidades sin reaccionar de oxígeno y/o dióxido de azufre de la oxidación catalítica de dióxido de azufre a trióxido de azufre (etapa (b)) después de la separación del trióxido de azufre (etapa (c)). Las ventajas de la recirculación de cantidades sin reaccionar de oxígeno y/o dióxido de azufre en la cámara de combustión se comentarán en detalle más adelante.

50 Según el compuesto de azufre usado en la etapa (a), puede ser útil o necesario liberar la mezcla de gas de componentes indeseados antes de que se suministre la oxidación catalítica a SO₃. Para el caso del uso de sulfuro de hidrógeno como compuesto de azufre usado, puede realizarse, por ejemplo, una deshidratación del gas, preferentemente mediante conducción por ácido sulfúrico (preferentemente a al menos el 96 %) para eliminar el agua resultante durante la combustión antes de que se suministre la mezcla de gas de la oxidación catalítica en la etapa (b).

La mezcla de gas se ajusta preferentemente a una temperatura en el intervalo de 380 °C a 450 °C antes de suministrarse a la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención.

5 En la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención, se hace reaccionar el dióxido de azufre obtenido en la etapa (a) de nuevo a trióxido de azufre. La mezcla de gas de la etapa (a), que se suministra a la etapa (b), contiene ya todos los eductos (SO₂, O₂) en una relación útil para la etapa (b). No es necesario un suministro individual de oxígeno o dióxido de azufre. Tampoco es necesaria una dilución con un gas portador inerte. La reacción a trióxido de azufre se realiza mediante un procedimiento de contacto. Preferentemente, se usa un aparato tubular de contacto, como está descrito de modo ejemplar en el documento WO2008/052649A1. A tal aparato tubular de contacto pueden suministrarse gases de contacto con un contenido de dióxido de azufre de hasta el 66 % en volumen, puesto que el aparato tubular de contacto está caracterizado por una disipación de calor intensa.

10 Alrededor de los tubos de reacción del aparato tubular de contacto se realiza una disipación de calor continua mediante un medio de refrigeración que se guía por los tubos exteriores. Preferentemente, la disipación de calor se realiza por un circuito intermedio. Por el circuito intermedio se elimina el calor desde los tubos de reacción y se transmite en un intercambiador de calor indirecto intercalado a otro medio para el aprovechamiento energético. Por lo tanto, se realiza, por ejemplo, un aprovechamiento energético para la producción de vapor no inmediatamente por el calor liberado en los tubos de reacción sino solo por el calor transmitido desde el circuito intermedio.

15 La guía del medio de refrigeración puede llevarse a cabo en corriente cruzada, contracorriente o corriente continua. Por el transcurso de reacción exotérmica, la configuración preferente es la guía de corriente continua. Ofrece considerables ventajas respecto a la prevención segura de subidas de temperatura locales en el catalizador y en relación con la corriente de masas del medio de refrigeración que se guiará en el circuito.

20 Como medio de refrigeración para la disipación de calor indirecta por el circuito intermedio pueden tenerse en cuenta, en principio: aceites portadores de calor, sales fundidas, soluciones salinas, vapor, gases y/o aire.

25 El calor que se eliminará del funcionamiento del circuito de refrigeración al nivel de temperatura de aproximadamente 220 °C a 550 °C, preferentemente de 300 °C a 450 °C, puede desacoplarse por un intercambiador de calor, preferentemente como vapor, para otro uso operacional.

Por lo general, el catalizador en los tubos de reacción consta de un metal activo catalíticamente o un derivado de metal que, opcionalmente provisto de promotores, se aplica en un material portador de catalizador inerte resistente a la temperatura. Por ejemplo, el catalizador V₂O₅ con sales de potasio y de sodio está apoyado en SiO₂. De manera alternativa, también puede usarse un catalizador de pentóxido de vanadio de uso comercial dotado con cesio.

30 La ventana de temperatura que se ajusta en la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención y especialmente el máximo de temperatura se fija dentro de límites fijados en relación con la concentración de dióxido de azufre esencialmente en la fase de diseño. Los parámetros esenciales para el diseño son temperatura de entrada de gas, velocidad de gas, dilución de catalizador, geometría de tubo y capacidad de refrigeración.

35 Las condiciones se seleccionan normalmente de manera que el catalizador, durante el empleo de un catalizador de pentóxido de vanadio con o sin cesio, no sobrepasa en ningún punto el valor límite nocivo de 640 °C. Preferentemente, las condiciones se seleccionan de manera que por la longitud de tubo se ajusta un perfil de temperatura en el que la temperatura de entrada está en el intervalo de 380 °C a 450 °C, preferentemente de 400 °C a 450 °C y la temperatura de salida está en el intervalo de 430 °C a 500 °C, así como el máximo de temperatura no es mayor de 580 °C.

40 Para la mejora del perfil de temperatura por la altura de apilado del catalizador, puede mezclarse el catalizador con un material inerte resistente a la temperatura, especialmente el material portador de catalizador puro como, por ejemplo, con vidrio, SiO₂, Al₂O₃ u otros óxidos, cerámica, gel de sílice o zeolitas habituales, preferentemente vidrio y cerámica.

45 Normalmente, se predetermina el catalizador usado en su reactividad por la mezcla con el material inerte en la relación de cantidades de 1:100 a 100:1. Preferentemente, material inerte y catalizador se mezclan en relaciones de cantidades de 90:10 a 40:60, más preferentemente de 80:20 a 40:60.

Es concebible accionar varios aparatos tubulares de contacto conectados en serie o en paralelo.

50 La etapa (b) se realiza en una única etapa de contacto, puesto que, por ello, puede realizarse una instalación especialmente compacta. No es necesario realizar una conversión máxima en la etapa de contacto (véase más adelante).

55 La mezcla de gas resultante del procedimiento de contacto presenta una relación de masas de SO₂:SO₃ en el intervalo de 1:50 a 1:2, preferentemente en el intervalo de 1:7 a 1:3 y más preferentemente de 1:6 a 1:4. Esto quiere decir que el gas resultante del procedimiento de contacto presenta una cantidad residual apreciable de dióxido de azufre no reaccionado. La mezcla de gas presenta además cantidades residuales de oxígeno y, opcionalmente, de otros componentes X.

Esta mezcla de gas se suministra a la etapa (c) del procedimiento de acuerdo con la invención.

En la etapa (c) del procedimiento de acuerdo con la invención, la corriente de gas resultante de la etapa (b) se suministra a un absorbedor para separar trióxido de azufre del gas residual, que comprende cantidades sin reaccionar de dióxido de azufre y oxígeno.

5 El gas residual, opcionalmente después de una purificación y/o división de una corriente parcial, puede suministrarse, en principio, a la etapa (b), es decir, volverse a llevar a la instalación de contacto. Preferentemente, se suministran las cantidades sin reaccionar de SO₂ y O₂ en la etapa (b) a la corriente de gas principal en la etapa (a). Las ventajas de esta forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención se comentarán en detalle a continuación.

10 La reacción catalítica de dióxido de azufre con oxígeno a trióxido de azufre se realiza en una única etapa de contacto que se forma por un aparato tubular de contacto. La corriente de gas que sale del aparato tubular de contacto presenta, además de trióxido de azufre, cantidades sin reaccionar de SO₂ y O₂. De la corriente de gas que sale del aparato tubular de contacto se extrae en la etapa (c) trióxido de azufre por absorción. A continuación, se vuelve a llevar la corriente de gas, al menos proporcionalmente, a la corriente de gas principal de la etapa (a). Esto sirve, por
15 una parte, para la refrigeración de la corriente de gas principal; por otra, para la dilución de la mezcla de reacción, mediante la cual puede reducirse y controlarse mejor el aumento de temperatura en la cámara de combustión.

El uso de una única etapa de contacto en la que, de hecho, está reducida la conversión de SO₂ en comparación a, por ejemplo, un procedimiento de doble contacto, trae consigo, por lo tanto, de manera sorprendente, ventajas en el
20 procedimiento total por la recirculación del SO₂ no reaccionado. Por esta combinación preferente de una única etapa de contacto con recirculación del SO₂ no reaccionado en la cámara de combustión para la reacción del compuesto de azufre, las etapas de procedimiento mencionadas

- combustión del compuesto de azufre,
- oxidación catalítica de dióxido de azufre

25 pueden coordinarse entre sí de manera que resulta un procedimiento total eficiente para la preparación de ácido sulfúrico.

Por este motivo, este modo de proceder no está especialmente claro, porque en el desarrollo del procedimiento siempre está el propósito de garantizar una elevada conversión. Por eso, se tendería a maximizar las conversiones de las únicas etapas, es decir, se tendería a realizar la reacción catalítica de dióxido de azufre, por ejemplo, mediante un procedimiento de doble contacto, en vez de emplear solo una única etapa de contacto. Sin embargo, un
30 procedimiento total óptimo en el presente caso se produce si la conversión de únicas etapas de procedimiento (en este caso, la oxidación catalítica de dióxido de azufre) no se maximiza sino que se elige intencionadamente menor que lo técnicamente posible.

La clave de un procedimiento óptimo para la preparación de ácido sulfúrico a partir de un compuesto de azufre como, por ejemplo, azufre elemental y/o sulfuro de hidrógeno está, por lo tanto, en la combinación de las siguientes
35 características:

1. La combustión del compuesto de azufre se lleva a cabo con un gas de combustión que presenta un contenido lo más elevado posible de oxígeno. Además de la prevención de emisiones como las que surgen en la combustión con aire, esto significa un gasto menor en la compresión de gas y posibilita menores dimensiones del aparato y menores rendimientos del ventilador.

40 2. La reacción entre oxígeno y el compuesto de azufre se separa en varias zonas de reacción individuales. Las zonas de reacción individuales están separadas espacialmente y forman espacios de reacción individuales. Entre estos espacios de reacción están introducidos intercambiadores de calor para la disipación de una parte del calor de reacción que se produce. Con ello es posible quemar directamente oxígeno y el compuesto de azufre sin que debieran usarse forzosamente grandes cantidades de gases de dilución para la refrigeración para poder controlar
45 el aumento de temperatura por el desarrollo de calor. Con ello se puede realizar un gas con una elevada concentración de SO₂ en la salida de la instalación de combustión, que puede suministrarse directamente a un procedimiento de contacto para la oxidación catalítica posterior.

3. La oxidación catalítica del dióxido de azufre se realiza en un aparato tubular de contacto que está provisto de una disipación de calor especialmente intensa y efectiva, que permite pasar con concentraciones de volumen de
50 SO₂ especialmente elevadas a la etapa de contacto. Por lo tanto, tampoco es necesario diluir la mezcla de gas proveniente de la etapa de combustión, por ejemplo, con gas inerte, aire u oxígeno.

4. En lugar de un procedimiento de doble contacto, la oxidación catalítica se realiza en un aparato tubular de contacto en una única etapa de contacto, que trae una conversión menor que un procedimiento de doble contacto que, sin embargo, es considerablemente más compacto y puede regularse mejor y requiere menores
55 costes de inversión, y deja la cantidad de SO₂ en la corriente de gas de producto, que es óptimamente adecuado para la dilución y refrigeración en la recirculación como corriente de gas principal en la etapa de combustión del

compuesto de azufre.

- 5 5. La recirculación de la cantidad sin reaccionar de SO_2 y O_2 del procedimiento de contacto en la cámara de combustión para la combustión del compuesto de azufre cierra el circuito del procedimiento de preparación óptimo para ácido sulfúrico. Como ya se expuso, la recirculación sirve para la dilución/refrigeración de la corriente de gas de combustión y, naturalmente, para el mejor aprovechamiento de los eductos/productos intermedios (O_2 , SO_2).

Preferentemente, se realiza una recuperación de calor en distintas posiciones del proceso para la generación de vapor, agua caliente y/o energía eléctrica.

Otro objeto de la presente invención es un dispositivo para la preparación continua de ácido sulfúrico.

- 10 El dispositivo de acuerdo con la invención comprende al menos una cámara de combustión para la combustión de un compuesto de azufre, un aparato tubular de contacto para la oxidación catalítica de dióxido de azufre a trióxido de azufre, medios para la absorción y/o condensación de trióxido de azufre, medios para la purificación de gases de escape y medios para la recirculación de cantidades sin reaccionar de oxígeno y dióxido de oxígeno de la oxidación catalítica de dióxido de azufre a trióxido de azufre en la cámara de combustión. La cámara de combustión presenta, como se expuso anteriormente de manera detallada, una pluralidad de zonas de combustión que están separadas entre sí por intercambiadores de calor. El aparato tubular de contacto forma solamente una única etapa de contacto. El número de zonas de combustión está preferentemente en el intervalo de 2 a 8, más preferentemente en el intervalo de 3 a 5.

- 20 El número de posiciones de adición para el compuesto de azufre por zona de combustión está preferentemente en el intervalo de 1 a 8, más preferentemente en el intervalo de 2 a 6, incluso más preferentemente en el intervalo de 3 a 5.

- 25 La cámara de combustión se pone a disposición, por ejemplo, por una caldera acuotubular. Las calderas acuotubulares son suficientemente conocidas por el experto de la técnica de procedimiento química del estado de la técnica (véase, por ejemplo, Dubbel interactivo, Manual del constructor de máquinas, L.6.1.1.) La refrigeración intensiva de las paredes se ocupa de que la temperatura de pared permanezca por debajo de la temperatura caracterizada por formación de sulfuro de hierro de aproximadamente $480\text{ }^\circ\text{C}$, incluso pueden existir temperaturas de hasta $2000\text{ }^\circ\text{C}$ en la cámara de combustión.

La combustión del compuesto de azufre puede realizarse, por ejemplo, mediante uno de los quemadores descritos en los documentos DE10351808A1, EP0762990B1 o EP1295849A2.

- 30 La invención se explica con más detalle a continuación mediante ejemplos sin limitarse, no obstante, a estos.

La Figura 1 muestra esquemáticamente una forma de realización preferente del dispositivo de acuerdo con la invención como diagrama de bloques.

- 35 La cámara de combustión (a) sirve para la reacción de azufre elemental 10 con oxígeno 20 con la formación de dióxido de azufre. La cámara de combustión está dividida en zonas de combustión, que están separadas entre sí por medios para la disipación de calor. En el presente ejemplo, hay tres zonas de combustión.

Desde la última zona de combustión de la cámara de combustión (a) llega el gas de reacción que comprende oxígeno y dióxido de azufre a un aparato tubular de contacto (b) para la oxidación posterior catalítica del dióxido de azufre a trióxido de azufre.

- 40 Preferentemente, el aparato tubular de contacto presenta tubos de reacción con diámetros nominales de 25 mm a 150 mm, preferentemente de 50 mm a 80 mm en longitudes de tubo de 1 m a 12 m, preferentemente de 2 m a 6 m. El número de tubos de reacción se determina por la capacidad que va a alcanzarse y está, normalmente, en el intervalo de 2 a 50 000 unidades.

- 45 Para la generación de ácido sulfúrico, se suministra la corriente de gas obtenida de la etapa de oxidación (b), que contiene principalmente SO_3 , SO_2 y O_2 , a la parte de instalación (c). La absorción de SO_3 se realiza en la parte de instalación (c) preferentemente en ácido sulfúrico de alta concentración. Como producto líquido de la etapa de absorción se obtiene ácido sulfúrico de alto porcentaje, del que se obtiene, después de la correspondiente dilución, refrigeración y destilación en la etapa (e), el ácido de producto 50.

- 50 Las cantidades sin reaccionar de dióxido de azufre y oxígeno se retornan por la recirculación de gas (d) a la cámara de combustión. A este respecto, se excluye hacia fuera una parte del gas para evitar el enriquecimiento de subproductos indeseados de los eductos. La corriente de gas parcial excluida hacia fuera se suministra a una purificación de gases de escape (f) y abandona finalmente la instalación como gas de escape 70.

Las cantidades de calor liberadas en la combustión (a), la oxidación catalítica (b) y la absorción de trióxido de azufre (c) se suministran por circuitos intermedios a una recuperación de calor (g). Una parte del calor puede suministrarse a una transformación de energía (h) para la obtención de energía eléctrica 80. Otra parte se aprovecha

como vapor y/o agua caliente 90.

La Figura 2 muestra una variante del dispositivo de la Figura 1, en el que una parte de la mezcla de gas proveniente de la cámara de combustión (a) se vuelve a recircular directamente a la cámara de combustión. Esto puede ser especialmente útil para determinadas condiciones de operación para la mejora del control de temperatura.

- 5 La Figura 3 mostraba otra variante del dispositivo de la Figura 1 en el que después de la oxidación catalítica se realiza una condensación (k), con la ventaja de que se obtiene trióxido de azufre líquido en un aparato y no es necesario otro procesamiento de varias etapas.

- 10 La Figura 4 mostraba otra forma de realización preferente del dispositivo de acuerdo con la invención. La cámara de combustión (a) sirve, en este caso, para la combustión de sulfuro de hidrógeno 15. Puesto que en la combustión de sulfuro de hidrógeno, además del dióxido de azufre deseado, surgen cantidades equimolares de agua, puede realizarse a continuación de la combustión una deshidratación (j), preferentemente al conducirse la corriente de gas por ácido sulfúrico concentrado (preferentemente, al menos al 96 %). Por lo demás, las partes de instalación en la Figura 4 corresponden a las del dispositivo de la Figura 1.

Hay que señalar que los dispositivos mostrados en las Figuras 1 a 4 también pueden combinarse entre sí.

- 15 A continuación, se describe como un ejemplo de realización del procedimiento de acuerdo con la invención el resultado de un cálculo numérico para la preparación de aproximadamente 30 t/h de ácido sulfúrico al 98,5 %. El procedimiento se lleva a cabo en una instalación de acuerdo con la Fig. 1.

- 20 Como eductos, se suministran 10 t/h de azufre y 1,6 t/h de gas de combustión con un porcentaje de volumen del 99,5 % de oxígeno y el 0,5 % de nitrógeno a un quemador de tres etapas, suministrándose para el ejemplo la corriente de masas de oxígeno en la relación 9:6:1, la corriente de masas de azufre en la relación 5,7:3,8:0,5 a la primera, segunda y tercera etapa.

Adicionalmente, se suministran a la cámara de combustión 26,5 t/h de gas recirculado, que consta del 73,6 % en peso de O₂, el 7,5 % en peso de N₂, el 18 % en peso de SO₂ así como porcentajes de SO₃ y adicionalmente otros componentes.

- 25 En la salida de la cámara de combustión se obtienen 38,1 t/h de mezcla de gas que contiene SO₂, que consta del 64,9 % en peso de SO₂, el 29,2 % en peso de O₂, el 5,3 % en peso de N₂ y adicionalmente otros componentes.

La mezcla de gas que contiene SO₂ obtenida se enfría a 430 °C y se suministra al aparato tubular de contacto.

- 30 En el aparato tubular de contacto se hace reaccionar al 80 % el SO₂ contenido en la corriente de gas, de manera que en la salida del aparato tubular de contacto existe una mezcla de gas que consta del 64,93 % en peso de SO₃, el 12,98 % en peso de SO₂, el 16,19 % en peso de O₂ y adicionalmente otros componentes con una temperatura de 500 °C.

Después del recorrido de un economizador, se suministra la mezcla de gas con una temperatura de 199 °C a un lavador Venturi. En el Venturi se absorbe el porcentaje principal del gas SO₃.

- 35 La absorción de SO₃ restante se realiza en una columna de absorción intercalada. El producto de fondo del lavador Venturi se conduce por un intercambiador de calor y se reúne con el producto de fondo de la columna de absorción. El fondo de la columna de absorción es simultáneamente el depósito de bomba para el riego de la columna y la emisión de ácido de producción.

Después de que toda la corriente de líquido está refrigerada a 90 °C en un intercambiador de calor, se extraen 30,75 t/h con un porcentaje de masa del 98,5 % en peso de H₂SO₄ y se obtienen como producto.

- 40 Los componentes no absorbidos de la fase de gas se recirculan en el circuito por un ventilador a la cámara de combustión y se enriquecen con 13,6 t/h de oxígeno antes de la alimentación.

Del calor de escape usado para la recuperación de energía se recuperan alrededor de 10,5 MW en una turbina de condensación para la generación de energía eléctrica. Adicionalmente, después de la salida de las energías necesarias en el proceso, surgen 8,5 t/h de vapor de 0,6 MPa para la emisión.

- 45 Signos de referencia

- (a) Incineradora
 (b) Aparato tubular de contacto para la oxidación catalítica de dióxido de azufre
 (c) Medios para la absorción de trióxido de azufre
 (d) Medios para la recirculación de gas
 50 (e) Medios para el acondicionamiento (dilución, destilación)
 (f) Medios para la purificación de gases de escape
 (g) Medios para la recuperación de calor

- (h) Medios para la transformación de energía
- (j) Medios para la deshidratación de gas
- (k) Medios para la condensación de trióxido de azufre

	10	Suministro de azufre
5	15	Suministro de sulfuro de hidrógeno
	20	Suministro de oxígeno
	25	Suministro de oxígeno
	50	Producto de ácido sulfúrico
	55	Ácido sulfúrico para deshidratar
10	60	Suministro de agua
	70	Gases de escape
	80	Energía eléctrica
	90	Vapor, agua caliente

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo para la preparación de ácido sulfúrico a partir de azufre elemental y/o un compuesto de azufre y un gas de combustión que contiene oxígeno, que comprende las etapas:
- 5 (a) reacción del azufre elemental y/o del compuesto de azufre con un gas de combustión que contiene oxígeno en una cámara de combustión con la formación de dióxido de azufre,
 (b) oxidación catalítica del dióxido de azufre de la etapa (a) con la formación de trióxido de azufre,
 (c) absorción y/o condensación del trióxido de azufre de la etapa (b) en ácido sulfúrico, **caracterizado porque** la reacción del azufre elemental y/o del compuesto de azufre con el gas de combustión que contiene oxígeno en la etapa (a) tiene lugar en varias zonas dentro de la cámara de combustión, eliminándose entre las zonas calor de reacción procedente de la reacción del compuesto de azufre con el gas de combustión que contiene oxígeno para que la temperatura dentro de la cámara de combustión no sobrepase 2000 °C, porque la etapa (b) se lleva a cabo en un aparato tubular de contacto en una única etapa de contacto y una parte de la corriente de gas que resulta después de la absorción del trióxido de azufre en la etapa (c), que contiene cantidades sin reaccionar de dióxido de azufre y oxígeno, se vuelve a llevar a la cámara de combustión de la etapa (a), y ascendiendo la relación de masa de O₂ con respecto a los componentes no aprovechables para la preparación de ácido sulfúrico en la mezcla de gas que se conduce a la cámara de combustión a al menos 30:70.
- 10
- 15
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** en la etapa (a), el azufre elemental y/o el compuesto de azufre se suministra a una corriente de gas principal que contiene oxígeno y dióxido de azufre a través de varios sitios de adición dentro de la cámara de combustión y la combustión se realiza en varias zonas que están separadas entre sí por intercambiadores de calor.
- 20
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** las temperaturas de las zonas de combustión disminuyen en dirección de la corriente de gas principal.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la mezcla de gas que sale de la cámara de combustión después de la etapa (a) contiene oxígeno y dióxido de azufre en una relación de volumen de 0,5 a 1,5.
- 25
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la mezcla de gas que resulta de la etapa (a) se suministra, después del enfriamiento hasta una temperatura en el intervalo de 380 a 450 °C, sin adición de más gases, a una etapa de contacto en la que se lleva a cabo la etapa (b).
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el calor liberado en distintas posiciones del procedimiento se usa para la generación de vapor, agua caliente o energía eléctrica.
- 30
7. Dispositivo para la preparación continua de ácido sulfúrico que comprende al menos una cámara de combustión para la combustión de azufre elemental y/o compuestos de azufre, un aparato tubular de contacto para la oxidación catalítica de dióxido de azufre a trióxido de azufre, medios para la absorción y la condensación de trióxido de azufre, medios para la purificación de gases de escape y medios para la recirculación de una parte de la corriente de gas que resulta después de la absorción del trióxido de azufre que contiene cantidades sin reaccionar de oxígeno y dióxido de azufre procedentes de la oxidación catalítica de dióxido de azufre a trióxido de azufre en la cámara de combustión, disponiendo la cámara de combustión de una pluralidad de zonas de combustión que están separadas entre sí por medios para la evacuación de calor, **caracterizado porque** el aparato tubular de contacto solo forma una única etapa de contacto.
- 35
8. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado porque** el número de zonas de combustión está en el intervalo de 3 a 16.
- 40

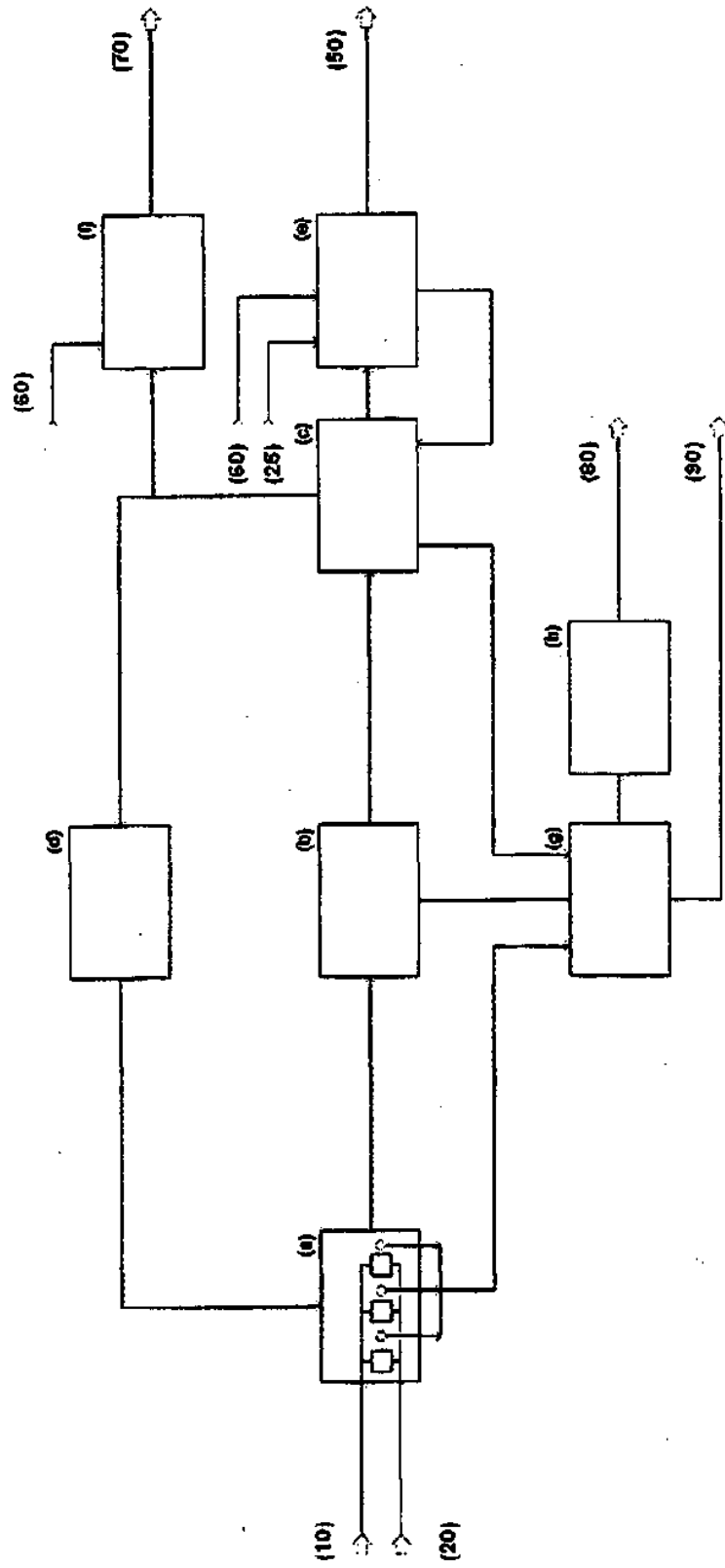


Fig. 1

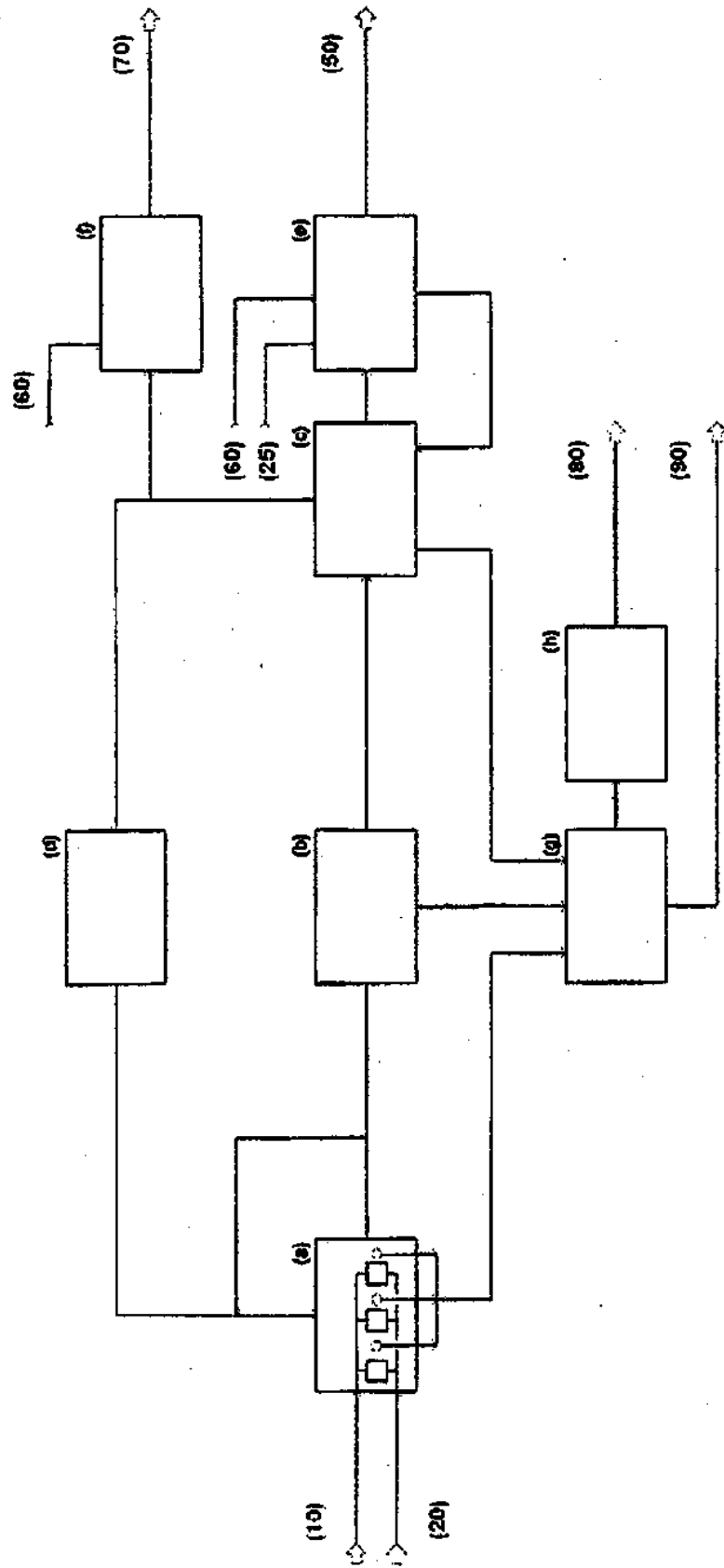


Fig. 2

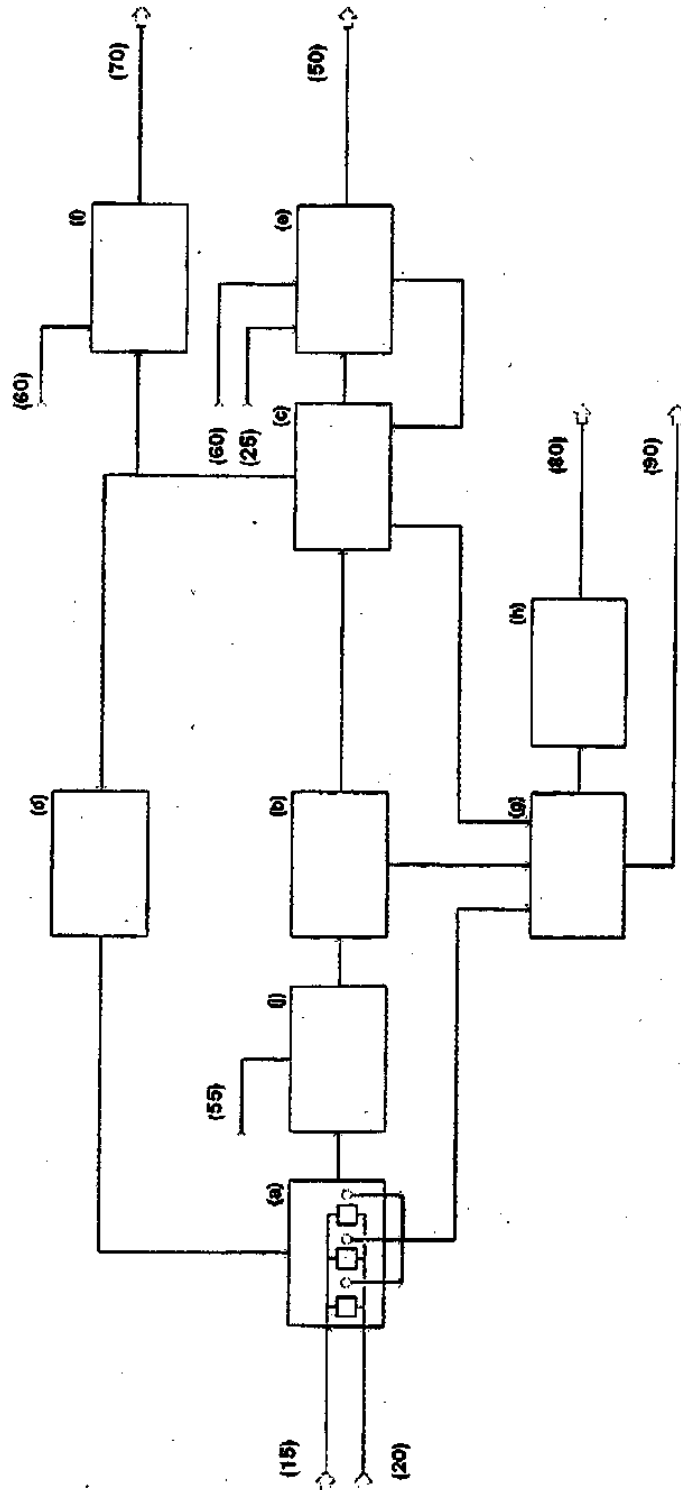


Fig. 4