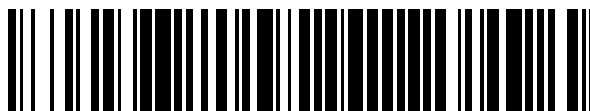


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 586 237**

51 Int. Cl.:

**C01B 17/16** (2006.01)

**B01J 19/02** (2006.01)

**C22C 38/40** (2006.01)

**C22C 19/05** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.04.2007 E 07727629 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.05.2016 EP 2010455**

54 Título: **Depósito de reacción para la obtención de sulfuro de hidrógeno**

30 Prioridad:

**27.04.2006 DE 102006019590**

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

**13.10.2016**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**REDLINGSHÖFER, HUBERT;  
SCHÜTZE, KARL-GÜNTHER;  
WECKBECKER, CHRISTOPH y  
HUTHMACHER, KLAUS**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 586 237 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

Depósito de reacción para la obtención de sulfuro de hidrógeno

5 La presente invención se refiere a un depósito de reacción en el que se obtiene sulfuro de hidrógeno a partir de azufre e hidrógeno, estando constituido el depósito de reacción parcial o completamente por un material estable frente a estos compuestos, o bien elementos, que mantiene su estabilidad también a temperaturas elevadas.

En especial sulfuro de hidrógeno es un producto intermedio importante industrialmente, por ejemplo para la síntesis de metilmercaptano, dimetilsulfuro, dimetildisulfuro, ácidos sulfónicos, dimetilsulfóxido, dimetilsulfona, así como numerosas reacciones de sulfidación. Actualmente se obtiene éste predominantemente a partir de la elaboración de petróleo y gas natural, así como mediante reacción de azufre e hidrógeno.

10 La síntesis de sulfuro de hidrógeno a partir de los elementos hidrógeno y azufre se efectúa habitualmente mediante introducción de hidrógeno en azufre líquido y un espacio de reacción post-conectado en la fase gaseosa. En este caso son conocidos procedimientos tanto catalizados, como también no catalizados. La síntesis de sulfuro de hidrógeno se efectúa habitualmente en la fase gaseosa a temperaturas entre 300 y 600°C, y a presiones entre 1 y 30 bar. La producción industrial de sulfuro de hidrógeno a partir de los elementos se desarrolla, según Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH, 2002, a temperaturas de 450°C y una presión de 7 bar.

15 En el documento GB 1193040 se describe la síntesis no catalizada de sulfuro de hidrógeno a temperaturas relativamente elevadas, de 400 a 600°C, y presiones de 4 a 15 bar. Se indica que la temperatura necesaria se determina por la presión a la que se debe desarrollar la síntesis. Por consiguiente, a una presión de 9 bar son necesarios aproximadamente 500°C.

20 Un punto esencial en la obtención de sulfuro de hidrógeno a partir de azufre e hidrógeno es sobre todo el control de temperatura. Son necesarias temperaturas elevadas para conseguir un estado de equilibrio en el que se ajusta una proporción molar hidrógeno : azufre en la fase gaseosa de aproximadamente 1 : 1. Esto posibilita por primera vez la síntesis de sulfuro de hidrógeno puro. Con presión creciente, la temperatura se debe aumentar correspondientemente a la curva de presión de vapor de azufre, para alcanzar la proporción molar deseada de 1 : 1 en la fase gaseosa. En este caso son de gran importancia diferencias ya reducidas en la presión, por ejemplo de 1 bar y menos.

25 El documento CSSR 190792 describe una variante de procedimiento para la obtención de sulfuro de hidrógeno, evitándose altas temperaturas de reacción mediante una costosa conexión en serie de varios reactores. En este caso se evitan temperaturas elevadas, especialmente debido a problemas de corrosión. En el documento CSSR 190793 se informa de fuerte corrosión de la instalación a partir de temperaturas de 400°C.

También en el documento US 4094961 se informa de corrosión grave en la síntesis de sulfuro de hidrógeno a temperaturas de 440 a 540°C. Por consiguiente, la síntesis en este caso se lleva a cabo solo a temperaturas por debajo de 440°C.

35 El documento DE 558 432 C da a conocer un depósito de reacción para el empleo en la obtención de sulfuro de hidrógeno a partir de hidrógeno y azufre, en el que la totalidad de piezas, que entran en contacto con azufre caliente o H<sub>2</sub>S, son elaboradas a partir de aluminio o sus aleaciones, o por hierro aluminizado. La reacción se puede llevar a cabo a una presión arbitraria y a una temperatura entre 300 y 350°C. La mezcla hidrógeno-azufre se conduce a través de un catalizador, que contiene uno o varios elementos activos, seleccionados a partir del grupo Mo, W, Fe, Ni, Co, Zn o V, que pueden ser aplicados sobre sustancias soporte, como gel de ácido silícico o caolín.

40 El documento US-A-2 965 455 describe un depósito de reacción para la obtención de sulfuro de hidrógeno a partir de hidrógeno y azufre a una temperatura de aproximadamente 320°C, y preferentemente a presión normal. La reacción se efectúa con ayuda de un catalizador, que puede contener metales del 5º, 6º y 8º grupo, como Mo, Co, Ni, Fe o V sobre materiales soporte porosos, a modo de ejemplo Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. La temperatura del catalizador se emite al baño de azufre con ayuda de cambiadores de calor. Estos cambiadores de calor están constituidos por aleaciones de aluminio o hierro revestido de aluminio, que no son atacados por azufre o hidrógeno a estas temperaturas.

45 El artículo B. Glaser, M. Schütze, F. Vollhardt, "Auswertung von Daten zum H<sub>2</sub>S-Angriff auf Stähle bei verschiedenen Temperaturen und Konzentrationen", Werkstoffe und Korrosion 42, 374-376, 1991, describe que, para instalaciones en las que se presenta un ataque corrosivo debido a H<sub>2</sub>S a temperaturas elevadas, éste representa un motivo esencial para el impedimento de un perfeccionamiento de tales instalaciones. Hasta la fecha queda cerrada en especial la transición a temperaturas más elevadas, y con ello a una mejora económica

5 de los correspondientes procedimientos, ya que en este caso se producen daños de corrosión masivos tras tiempos cortos, y con estos una avería de las instalaciones. Como factores de influencia principal sobre la corrosión se citan la temperatura y la concentración de H<sub>2</sub>S. Como contramedida claramente limitada se cita el aumento del contenido en Cr en el acero a un 16 %, teniendo apenas una acción menos pronunciada un aumento por encima de un 16 %. De este modo se informa de velocidades de corrosión de aceros de más de 0,5, o incluso más de 1,0 mm/a en concentraciones de H<sub>2</sub>S de un 10 % en volumen a 450-550°C. Aunque los aceros de alta aleación muestran en suma un comportamiento algo mejor, se evidencia que la aptitud del material acero para es limitada para este fin de empleo.

10 Por el documento EP-B-0851037 son conocidas aleaciones de Cr-Ni, que poseen una estabilidad a la corrosión elevada frente a sulfuro de hidrógeno, y se emplean para la obtención de oleoductos para el transporte de petróleo y gas natural.

Es tarea de la invención poner a disposición un depósito de reacción para el empleo en la síntesis de sulfuro de hidrógeno, que se puede accionar también a temperaturas elevadas a largo plazo sin corrosión elevada de material.

15 Es objeto de la invención un depósito de reacción según la reivindicación 1, que está constituido parcial o completamente por un material que presenta velocidades de corrosión reducidas también a temperaturas elevadas.

20 Mientras que los aceros y aceros refinados empleados con mayor frecuencia en la industria química (como por ejemplo 1.4571) contienen predominantemente los componentes principales Fe, Cr y Ni, así como adiciones de Mo, Ti, P, S, Mn, Si y C en las más diferentes composiciones, existen además numerosos materiales especiales con diferentes elementos y compuestos adicionales. Ya que no se encontró un material especialmente apropiado a pesar de la pluralidad, en la síntesis de sulfuro de hidrógeno a temperaturas elevadas se presentaron los problemas de corrosión a temperaturas de reacción elevadas descritos anteriormente, lo que limitaba el perfeccionamiento del procedimiento total.

25 Ahora se encontraron materiales que son estables a temperaturas elevadas en las condiciones de la síntesis de sulfuro de hidrógeno. Además de los componentes de los materiales empleados con mayor frecuencia, éstos contienen preferentemente adiciones, como Co, Al, Cu y/o Y. Estas pueden estar contenidas solo en cantidades relativamente reducidas, de un bajo porcentaje y menores, y proporcionan ya una clara mejora del comportamiento de corrosión. Tanto la realización de un depósito de reacción estable y seguro, como también el perfeccionamiento del procedimiento a temperaturas de reacción elevadas, se garantizan con estos materiales.

30 Los porcentajes se calculan siempre respecto a un 100 %.

A modo de ejemplo, en el ámbito de investigaciones se analizaron sobre su aptitud los siguientes materiales, que se denominan según DIN y la correspondiente norma US:

Nº DIN	Nº norma US
1.4571	AISI 316Ti
1.4841	AISI 314
2.4851	UNS N06601 (alloy 601)
2.4633	UNS N06025
3.3535	AA 5754

35 A modo de ejemplo se emplean preferentemente los materiales 2.4633, 2.4851 o 3.3535.

Es esencial la presencia de aluminio en el material.

Del mismo modo es objeto de la invención el empleo del depósito de reacción según la invención en la obtención de sulfuro de hidrógeno a partir de hidrógeno y azufre, en especial a temperaturas elevadas.

Las temperaturas en la síntesis de sulfuro de hidrógeno se sitúan en el intervalo de 300 a 600°C, en especial 400 a 550°C.

5 En la síntesis de sulfuro de hidrógeno, además de la presencia del producto objetivo, también la presencia de azufre, hidrógeno, impurezas o productos secundarios, es significativa para la estabilidad del depósito de reacción. Incluso es posible que, en la síntesis de sulfuro de hidrógeno, solo las substancias auxiliares, substancias de empleo, sus impurezas o productos secundarios, así como la composición de la mezcla de reacción y las condiciones de reacción, determinan la selección de material para el depósito de reacción.

10 La estabilidad se mide en forma de la velocidad de corrosión, así como mediante observación óptica, o bien microscópica.

15 En la síntesis de sulfuro de hidrógeno a temperaturas elevadas es válida como velocidad de corrosión reducida una corrosión superficial uniforme de menos de 0,5 mm/a, preferentemente menos de 0,3 mm/a. Si la corrosión se debe situar entre 0,1 y 0,3 mm/a, esta se puede equilibrar habitualmente mediante una adición de corrosión para una operación del depósito de reacción de larga duración. Corrosiones > 0,5 mm/a conducirían a obturaciones masivas de instalaciones y canalizaciones, así como a un gasto en materiales claramente elevado, costes de mantenimiento y elevados y mayores riesgos de seguridad.

20 Puede ser ventajoso elaborar el depósito de reacción solo parcialmente a partir del material muy estable si, a modo de ejemplo, ciertos productos semiacabados no se encuentran disponibles en las dimensiones deseadas o son muy costosos. Entonces se emplean materiales convencionales, como acero refinado normal o de alta aleación con adición de corrosión correspondiente debido a la mayor disponibilidad o al precio claramente reducido, para esta parte limitada del depósito de reacción, mientras que la parte restante del depósito de reacción está constituida por el material estable. Ya que el comportamiento de corrosión depende en gran medida de la temperatura, y la temperatura dentro del depósito de reacción puede ser diferente, también solo las partes del depósito de reacción que están expuestas a altas temperaturas durante el transcurso de reacción pueden estar constituidas por el material estable con las bajas velocidades de corrosión deseadas, mientras que la parte restante está elaborada a partir de otros materiales con velocidades de corrosión, en caso dado, más elevadas. También conductos de unión, armaduras u órganos de medida y regulación pueden contener el material según la invención.

25 En caso dado es conveniente tratar previamente el depósito de reacción o las piezas de material empleadas por vía química o térmica antes del primer empleo, por ejemplo mediante corrosión o mediante una oxidación previa a temperaturas elevadas. Esto puede aumentar la estabilidad del depósito de reacción. En este caso se emplean procedimientos conocidos por el especialista.

30 Para la elaboración y montaje del depósito de reacción se emplean procedimientos conocidos por el especialista, como por ejemplo soldadura. En este contexto se pueden emplear igualmente materiales de adición apropiados para el tratamiento superficial, o para la unión de componentes, como por ejemplo materiales de adición de soldadura.

35 Respecto a la forma, para el depósito de reacción no existen limitaciones especiales. Como ejemplo cítese que se pueden emplear partes del depósito de reacción constituidas por tubos con un diámetro interno de 30 a 130 mm, un grosor de pared de 1 a 5 mm, y una longitud de 1000 a 4000 mm. De tales tubos se emplean varios ejemplares en un depósito de presión, y se exponen, a modo de ejemplo, a temperaturas entre 350 y 600°C y presiones de 0,2 a 30 bar. El depósito de reacción o partes del depósito de reacción para la síntesis de sulfuro de hidrógeno se pueden cargar con catalizador. Otra parte del depósito de reacción puede estar cargada predominantemente con azufre líquido, y partes adicionales pueden estar cargadas predominantemente con gases. El material empleado puede acelerar la reacción a sulfuro de hidrógeno mediante sus componentes.

40 El procedimiento para la obtención de sulfuro de hidrógeno es igualmente componente de la invención, desarrollándose el procedimiento en los depósitos según la invención.

45 El especialista es libre en la selección de pasos de procedimiento a combinar para la obtención de sulfuro de hidrógeno, pudiéndose emplear también varios depósitos de reacción y diversos aparatos para la separación de productos secundarios o substancias de empleo no consumidas.

50 A modo de ejemplo, para la obtención de sulfuro de hidrógeno se introduce hidrógeno a una presión de 8 a 20 bar en el depósito de reacción en azufre líquido, y se hace reaccionar en un espacio de reacción post-conectado del depósito de reacción. La disposición total se acciona preferentemente a la misma temperatura.

Además, la reacción para dar sulfuro de hidrógeno se desarrolla preferentemente en presencia de un catalizador

heterogéneo. En este caso se trata preferentemente de un catalizador de hidrogenado estable en azufre, que está constituido preferentemente por un soporte, como por ejemplo óxido de silicio, óxido de aluminio, óxido de circonio u óxido de titanio, así como uno o varios de los elementos activos molibdeno, níquel, wolframio, vanadio, cobalto, azufre, selenio, fósforo, arsénico, antimonio y bismuto. El catalizador se puede emplear tanto en la fase líquida, como también en la fase gaseosa. Según condiciones de reacción, en especial a temperaturas elevadas, se puede formar al menos una parte de sulfuro de hidrógeno en el depósito de reacción también sin la acción de un catalizador.

En otra forma de ejecución de la invención se conectan en serie varios, en especial dos o tres depósitos de reacción constituidos por el material según la invención. En este caso se distribuye el hidrógeno transformado solo parcialmente en el primer depósito de reacción junto con el sulfuro de hidrógeno formado en un depósito de reacción adicional, para la reacción adicional a sulfuro de hidrógeno, preferentemente en azufre líquido, y se hace reaccionar directamente en la zona del azufre líquido y/o adicionalmente en un espacio gaseoso post-conectado para dar sulfuro de hidrógeno. En el caso de empleo de dos depósitos de reacción conectados en serie, la conversión de hidrógeno tras el primer reactor se sitúa en general entre un 40 y un 85 %. Si se emplean tres reactores, la conversión de hidrógeno tras el primer reactor asciende a un 20 hasta un 50 %, y tras el segundo reactor en general un 50 a un 85 %. Si se deben emplear varios depósitos de reacción (reactores), preferentemente todos, o también solo uno puede estar constituido por el material según la invención. Si se deben conectar varios depósitos de reacción en serie, también sus conductos de unión o conexión, así como armaduras y órganos de medida y regulación, pueden estar constituidos por el material según la invención.

En lugar de hidrógeno puro también se puede conducir hidrógeno impurificado a través del azufre líquido. Las impurezas pueden ser, a modo de ejemplo, dióxido de carbono, sulfuro de hidrógeno, agua, metanol, etano, propano o también otros hidrocarburos muy volátiles. Preferentemente se emplea hidrógeno con una pureza mayor que un 65 % en volumen, del cual más de un 98 % de hidrógeno empleado se hace reaccionar a sulfuro de hidrógeno. Las impurezas en el hidrógeno o sus productos de reacción no se separan preferentemente antes de la síntesis de metilmercaptano, sino que se dejan en la mezcla de eductos. La selección del material del depósito de reacción según la invención no es influenciada preferentemente por la pureza del hidrógeno empleado. Lo mismo es válido para el empleo del azufre aplicado. También éste puede contener diferentes impurezas.

Mediante la invención se puede posibilitar en suma, por una parte, un funcionamiento más económico de instalaciones de producción para sulfuro de hidrógeno, ya que el depósito de reacción apenas se debe mantener, reparar, y no se debe substituir parcial o completamente, también en el caso de funcionamiento prolongado, de varios años o décadas. Por otra parte, mediante la selección de un material estable se aumenta la seguridad de instalación, ya que se minimiza el peligro de fallo de material, la probabilidad de accidentes debidos a la salida de sustancias peligrosas. Esto es de especial significado en el caso de sustancias muy tóxicas, como sulfuro de hidrógeno.

Además, el hallazgo de materiales estables a temperaturas elevadas posibilita el perfeccionamiento del procedimiento total para la obtención de sulfuro de hidrógeno, ya que los límites que se predeterminaron hasta la fecha mediante la estabilidad del material desaparecen, o bien se desplazan a temperaturas de reacción más elevadas.

En una forma de ejecución del depósito de reacción para la obtención de sulfuro de hidrógeno, sobre la superficie del material 1.4571 se aplica un revestimiento predominantemente de aluminio, o bien óxido de aluminio. En este caso, el contenido en aluminio, o bien óxido de aluminio del revestimiento asciende preferentemente a más de un 40 %, de modo especialmente preferente más de un 70 %. Además de aluminio, también pueden estar contenidos otros elementos. El tipo de aplicación de este revestimiento se puede efectuar mediante diferentes procedimientos conocidos por el especialista, como por ejemplo metalizado a la llama, precipitación en fase gaseosa química o física (CVD, PVD), inmersión en fusión o precipitación electrolítica. El grosor de este revestimiento no está sujeto a limitaciones especiales, pero para aumentar la estabilidad, debe ascender preferentemente a más de 100  $\mu\text{m}$ , de modo más preferente más de 150  $\mu\text{m}$ , habitualmente se sitúa por debajo de 1 mm.

En otra forma de ejecución de la invención, el contenido en aluminio se concentra en la superficie de un acero. Esto no se efectúa mediante una formación de capa, sino por difusión de cuerpos sólidos de aluminio en las zonas próximas a la superficie a temperaturas elevadas. En este caso, los polvos de aluminio empleados forman un compuesto con el material. Esto tiene la ventaja de que ningún coeficiente de dilatación térmico diferente puede conducir al desprendimiento o a la formación de grietas, como en el caso de un revestimiento. El material enriquecido con aluminio en la superficie tiene entonces un contenido en aluminio de al menos un 1 %, preferentemente más de un 3 %, de modo especialmente preferente más de un 5 %, en las zonas próximas a la superficie (0 a 0,5 mm). Respecto al material a enriquecer con aluminio en la superficie existe únicamente la limitación de que el aluminio puede penetrar en las capas próximas a la superficie mediante difusión de cuerpos sólidos.

**Ejemplo comparativo 1**

Se investigó una muestra de material de acero refinado con el número de material 1.4571 y nombre abreviado de material EN X6CrNiMoTi17-12-2, de composición química < 0,08 % de C, < 1,0 % de Si, < 2,0 % de Mn, < 0,045 % de P, < 0,015 % de S, 16,5-18,5 % de Cr, 2,0-2,5 % de Mo, < 0,7 % de Ti, resto Fe, así como 10,5-13,5 % de Ni, con una superficie externa de 15,94 cm<sup>2</sup> y una masa de 15,54 g, en un autoclave que estaba cargado con 200 ml de azufre y ajustado a una presión de 12 bar con un tercio de hidrógeno y dos tercios de sulfuro de hidrógeno. El autoclave se accionó a una temperatura de 450°C 450 h en condiciones constantes. Tras la apertura del autoclave se extrajo y se investigó la muestra de material. Simplemente por vía óptica se pudo identificar que el material se había desprendido claramente en parte en la superficie. Tras eliminación de las partes adheridas a la superficie, aún sueltas, la masa de la muestra de material ascendía a 14,78 g, lo que corresponde a una pérdida de masa de 0,76 g y una corrosión de 476 g/m<sup>2</sup>, o una velocidad de corrosión de 1,15 mm/a.

**Ejemplo comparativo 2**

Análogamente al ejemplo comparativo 1 se investigó un acero refinado adicional con el número de material 1.4841, el nombre abreviado de material EN X15CrNiSi25-20, y la composición química < 0,2 % de C, 1,5-2,5 % de Si, < 2,0 % de Mn, < 0,045 % de P, < 0,03 S, 24,0-26,0 % de Cr, resto Fe, así como 19,0-22,0 % de Ni, en el autoclave. Simplemente por vía óptica se pudo identificar que el material se había desprendido claramente en parte en la superficie. Tras eliminación de las partes adheridas a la superficie, aún sueltas, la pérdida de masa correspondía a una corrosión de 296 g/m<sup>2</sup>, o a una velocidad de corrosión de 0,72 mm/a.

**Ejemplo 1**

Análogamente al ejemplo comparativo 1 se investigó un material adicional, Alloy 601 con el número de material 2.4851 y el nombre abreviado de material EN NiCr23Fe, con una composición química < 0,1 % de C, < 0,5 % de Si, < 1,0 % de Mn, < 0,02 % de P, < 0,015 % de S, 21,0-25,0 % de Cr, < 0,5 % de Cu, < 18,0 % de Fe, 1,0-1,7 % de Al, < 1,0 % de Co, < 0,5 % de Ti, 0,05-0,12 % de Y, así como 58,0-63,0 % de Ni, en el autoclave. Simplemente por vía óptica se pudo identificar solo una fracción de material desprendida reducida. Tras eliminación de las partes adheridas a la superficie, aún sueltas, la pérdida de masa correspondía a una corrosión de 158 g/m<sup>2</sup>, o a una velocidad de corrosión de 0,38 mm/a.

**Ejemplo 2**

Análogamente al ejemplo comparativo 1 se investigó un material adicional, Alloy 602 CA con el número de material 2.4633 y el nombre abreviado de material EN NiCr25FeAlY, con una composición química 0,15-0,25 % de C, < 0,5 % de Si, < 0,50 % de Mn, < 0,02 % de P, < 0,01 % de S, 24,0-26,0 % de Cr, < 0,1 % de Cu, 8,0-11,0 % de Fe, 1,8-2,4 % de Al, < 0,3 % de Co, 0,1-0,2 % de Ti, 0,05-0,12 % de Y, así como 41,0-66,0 % de Ni, en el autoclave. Ópticamente no se pudo identificar capas desprendidas, grietas u orificios. Tras eliminación de las partes adheridas a la superficie, aún sueltas, la pérdida de masa correspondía a una corrosión de 82 g/m<sup>2</sup>, o a una velocidad de corrosión de 0,19 mm/a.

**Ejemplo 3**

Análogamente al ejemplo comparativo 1 se investigó un material adicional, con el número de material 3.3535 y el nombre abreviado de material EN AW-AlMg3, con una composición química < 0,4 % de Si, < 0,50 % de Mn, < 0,3 % de Cr, < 0,1 % de Cu, < 0,4 % de Fe, 96,0-97,5 % de Al, < 0,15 % de Ti, < 0,2 % de Zn, < 0,3 % de Cr, así como 2,6-3,6 % de Mg, en el autoclave. Ópticamente no se pudo identificar capas desprendidas, grietas u orificios. La pérdida de masa correspondía a una corrosión de 0,8 g/m<sup>2</sup>, o a una velocidad de corrosión de 0,003 mm/a.

**Ejemplo 4**

Análogamente al ejemplo comparativo 1 se investigó un material adicional 1.4571 con un revestimiento superficial de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de aproximadamente 100 µm en el autoclave. Ópticamente no se pudo identificar fracciones de material desprendidas, grietas u orificios. En este caso, la pérdida de masa era muy reducida, lo que corresponde a una corrosión insignificante de 0,5 g/m<sup>2</sup>, o a una velocidad de corrosión de 0,002 mm/a.

Se puede determinar que en los materiales empleados en los ejemplos 1-4 se produce una pérdida de masa, o bien corrosión, claramente más reducida en presencia de azufre, hidrógeno y sulfuro de hidrógeno. Por consiguiente, estos materiales que contienen aluminio y su composición química se consideran claramente más apropiados para la construcción de un depósito de reacción para la síntesis de sulfuro de hidrógeno.

50

## REIVINDICACIONES

- 1.- Depósito de reacción para la obtención de sulfuro de hidrógeno mediante reacción entre azufre e hidrógeno, caracterizado por que el depósito de reacción, y en caso dado conductos de unión, así como armaduras y órganos de medida y regulación, están constituidos parcial o completamente por un material estable frente a la mezcla de reacción, que contiene aluminio, caracterizado por que este material es seleccionado a partir del siguiente grupo de materiales: i) un material de número de material 2.4851, con una composición química  $< 0,1$  % de C,  $< 0,5$  % de Si,  $< 1,0$  % de Mn,  $< 0,02$  % de P,  $< 0,015$  % de S,  $21,0-25,0$  % de Cr,  $< 0,5$  % de Cu,  $< 18,0$  % de Fe,  $1,0-1,7$  % de Al,  $< 1,0$  % de Co,  $< 0,5$  % de Ti,  $0,05-0,12$  % de Y, así como  $58,0-63,0$  % de Ni, ii) un material de número de material 2.4633, con una composición química  $0,15-0,25$  % de C,  $< 0,5$  % de Si,  $< 0,50$  % de Mn,  $< 0,02$  % de P,  $< 0,01$  % de S,  $24,0-26,0$  % de Cr,  $< 0,1$  % de Cu,  $8,0-11,0$  % de Fe,  $1,8-2,4$  % de Al,  $< 0,3$  % de Co,  $0,1-0,2$  % de Ti,  $0,05-0,12$  % de Y, así como  $41,0-66,0$  % de Ni, iii) un material con el número de material 3.3535, con una composición química  $< 0,4$  % de Si,  $< 0,50$  % de Mn,  $< 0,3$  % de Cr,  $< 0,1$  % de Cu,  $< 0,4$  % de Fe,  $96,0-97,5$  % de Al,  $< 0,15$  % de Ti,  $< 0,2$  % de Zn, así como  $2,6-3,6$  % de Mg, o iv) un material con el número de material 1.4571, con una composición química  $< 0,08$  % de C,  $< 1,0$  % de Si,  $< 2,0$  % de Mn,  $< 0,045$  % de P,  $< 0,015$  % de S,  $16,5-18,5$  % de Cr,  $2,0-2,5$  % de Mo,  $< 0,7$  % de Ti, resto Fe, así como  $10,5-13,5$  % de Ni, estando revestido este material con óxido de aluminio o aluminio en el área de contacto.
- 2.- Depósito de reacción según la reivindicación 1, caracterizado por que la capa se aplicó por medio de metalizado a la llama.
- 3.- Depósito de reacción según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el grosor de capa asciende a  $0,05$  hasta  $1,0$  mm.
- 4.- Depósito de reacción según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el material en la zona próxima a la superficie está enriquecido con óxido de aluminio o aluminio en comparación con el material de partida.
- 5.- Depósito de reacción según la reivindicación 4, caracterizado por que la concentración se efectúa por medio de difusión de cuerpos sólidos a altas temperaturas.
- 6.- Depósito de reacción según la reivindicación 5, caracterizado por que el grosor de la zona enriquecida con aluminio asciende a  $0,05$  hasta  $1,0$  mm.
- 7.- Depósito de reacción según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que el material se trata previamente mediante corrosión u oxidación previa.
- 8.- Empleo del depósito de reacción según las reivindicaciones 1 a 7 para la obtención de sulfuro de hidrógeno, caracterizado por que la presión en el depósito de reacción asciende a  $> 0$  bar hasta  $50$  bar.
- 9.- Empleo según la reivindicación 8, caracterizado por que la presión en el depósito de reacción asciende a  $> 9$  bar hasta  $20$  bar.
- 10.- Empleo según la reivindicación 8 o 9, caracterizado por que la síntesis de sulfuro de hidrógeno se efectúa a una temperatura entre  $300^{\circ}\text{C}$  y  $600^{\circ}\text{C}$ .
- 11.- Empleo según las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado por que la síntesis de sulfuro de hidrógeno se efectúa en presencia de un catalizador heterogéneo.
- 12.- Empleo según la reivindicación 11, caracterizado por que la síntesis de sulfuro de hidrógeno se efectúa en presencia de un catalizador soporte heterogéneo, que contiene uno o varios de los elementos activos seleccionados a partir del grupo molibdeno, níquel, wolframio, vanadio, cobalto, azufre, selenio, fósforo, arsénico, antimonio, bismuto, silicio, aluminio, titanio y circonio.
- 13.- Empleo según las reivindicaciones 8 a 12, caracterizado por que el sulfuro de hidrógeno se obtiene en dos o más depósitos de reacción conectados o unidos en serie.
- 14.- Empleo según las reivindicaciones 8 a 13, caracterizado por que el hidrógeno empleado para la obtención de sulfuro de hidrógeno contiene otras sustancias.
- 15.- Empleo según las reivindicaciones 8 a 14, caracterizado por que el azufre empleado para la obtención de sulfuro de hidrógeno contiene otras sustancias.
- 16.- Empleo según las reivindicaciones 8 a 15, caracterizado por que el hidrógeno empleado para la obtención de

sulfuro de hidrógeno contiene otras sustancias, y la mezcla de reacción que sale de la síntesis de sulfuro de hidrógeno contiene productos secundarios o sustancias de partida, además de sulfuro de hidrógeno.