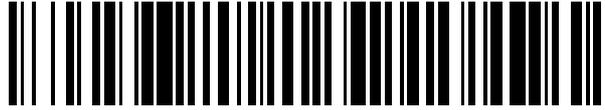


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 612 303**

51 Int. Cl.:

C01B 17/16

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.01.2008 PCT/EP2008/050366**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.07.2008 WO08087125**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.01.2008 E 08701477 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.10.2016 EP 2125613**

54 Título: **Método y dispositivo para la producción continua de sulfuro de hidrógeno**

30 Prioridad:

16.01.2007 EP 07100587

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

16.05.2017

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**WÖLFERT, ANDREAS;
JACHOW, HARALD y
DRIESS, HEINZ**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 612 303 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

Método y dispositivo para la producción continua de sulfuro de hidrógeno

La presente invención hace referencia a un método y a un dispositivo para la producción continua de sulfuro de hidrógeno H_2S , donde en un flujo de gas crudo que contiene H_2S que se presenta durante la producción se encuentran contenidos polisulfanos (H_2S_x , donde $x \geq 2$).

En el estado del arte, la producción de sulfuro de hidrógeno tiene lugar por ejemplo a través del método H_2S según Girdler (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, sexta edición, 2003, vol. 17, página 291). El H_2S se produce de forma no catalítica a partir de los elementos azufre e hidrógeno en una columna con entradas y con un fondo ampliado, esencialmente orientado de forma horizontal. En el fondo llenado con azufre en ebullición se introduce hidrógeno, donde el azufre es arrastrado por vapor hacia la fase gaseosa ascendente. El hidrógeno y el azufre ascendente reaccionan en el espacio de gas de la columna, donde el calor de la reacción que se libera se extrae al gas producto a través de lavado con azufre líquido. Para ello, desde el fondo de la columna se extrae azufre líquido, se mezcla con azufre fresco, frío, y se coloca en la parte superior de la columna. El gas producto que contiene gran cantidad de sulfuro de hidrógeno se enfría en dos intercambiadores de calor.

Una producción catalítica de H_2S se describe en Angew. Chem.; 74 año 1962; N° 4; página 151. En ese caso, el hidrógeno es conducido a través de un baño de azufre regulado externamente en cuanto a la temperatura. El hidrógeno cargado con vapor de azufre ingresa a la cámara del catalizador a través de perforaciones. El azufre que no ha reaccionado, después de abandonar la cámara del catalizador, se condensa en una parte superior del tubo de salida de H_2S , alcanzando nuevamente el baño de azufre mediante un tubo de retorno. La cámara del catalizador se encuentra dispuesta de forma concéntrica alrededor del tubo de salida de H_2S .

Por la solicitud DE 1 113 446 se conoce la producción catalítica de sulfuro de hidrógeno a través de la conversión de una mezcla estequiométrica de hidrógeno y azufre en una sal de cobalto y molibdeno en un catalizador que contiene un soporte, a temperaturas de entre 300 y 400°C. El catalizador está dispuesto en tubos que son atravesados por la mezcla de hidrógeno y azufre. El baño de azufre posee una temperatura de 340 a 360°C, debido a lo cual una mezcla estequiométrica de hidrógeno y azufre se genera mediante el pasaje de hidrógeno a través del baño de azufre, para la producción de H_2S . El calor de reacción que se libera durante la formación de H_2S se aprovecha a través del intercambio de calor directo, ya que los tubos que contienen el catalizador están dispuestos en el baño de azufre, de un modo que no se describe en detalle.

En la solicitud US 2,863,725 se describe un método para la producción de H_2S en un catalizador que contiene molibdeno, donde hidrógeno gaseoso es introducido en un reactor que contiene una masa fundida de azufre, ascendiendo a través de la masa fundida de azufre en forma de burbujas de gas. La cantidad de hidrógeno introducida y la temperatura de la masa fundida de azufre, donde se indica una temperatura inferior a 326° C, son reguladas de manera que una mezcla de gas que se forma por encima de la masa fundida de azufre en una zona de gas contiene los eductos hidrógeno y azufre con un exceso de hidrógeno por encima de la relación de reacción estequiométrica.

Durante las síntesis de H_2S a partir de hidrógeno y azufre, en el gas crudo generalmente se encuentran polisulfanos (H_2S_x) como productos secundarios. Por ejemplo, en un enfriador de gas conectado aguas abajo del reactor, a temperaturas determinadas, pueden formarse hasta 1000 ppm de peso de disulfano H_2S_2 , así como sulfanos H_2S_x más elevados, los cuales en las etapas subsiguientes se descomponen nuevamente formando H_2S y azufre, de manera que en las tuberías, válvulas, compresores, intercambiadores de calor, etc., pueden presentarse precipitaciones de azufre no deseadas.

La solicitud DE 102 45 164 A1 hace referencia a un método para convertir polisulfanos en H_2S y azufre, donde los polisulfanos H_2S_x que están contenidos en los flujos de gas crudo que contienen H_2S que se presenta durante la síntesis de H_2S , son convertidos catalíticamente en H_2S y azufre. Para ello, el gas crudo que contiene H_2S , por ejemplo, es puesto en contacto con un cuerpo sólido adecuado, catalíticamente activo, en particular con carbono activo, Al_2O_3 , SiO_2 , etc.

La solicitud FR 28 44 208 B1 hace referencia a un método para purificar un gas de síntesis que contiene principalmente sulfuro de hidrógeno, obtenido a través de la reacción de hidrógeno y azufre líquido en un dispositivo técnico, donde dicho gas es conducido a través de un filtro que contiene una sustancia sólida seleccionada entre partículas porosas de carbono activo, óxido de aluminio y óxido de silicio. El material del filtro (por ejemplo el carbono activo) es consumido después de ser cargado con azufre y, a modo de ejemplo, debe ser eliminado a través de combustión. Se consideran como desventajas la elevada inversión de mantenimiento para el cambio del lecho de carbono activo, el consumo continuo de carbono activo, los costes de eliminación y los daños para el medio ambiente producidos durante la combustión del carbono. Durante el período que requiere el cambio del carbono activo debe pasarse al menos a otra estación del carbono activo.

La solicitud US 5,686,056 hace referencia a un método para purificar gas de sulfuro de hidrógeno con impurezas que contienen polisulfanos. El método comprende el guiado del gas de sulfuro de hidrógeno a través de un medio de filtrado que comprende un tamiz molecular, donde los polisulfanos se descomponen en sulfuro de hidrógeno y azufre, y el azufre que se presenta es mantenido en el medio de filtrado. Para separar el azufre acumulado del medio de filtrado, gas de hidrógeno calentado es conducido en la dirección opuesta (en comparación con la dirección del gas de sulfuro de hidrógeno) a través del medio de filtrado.

En Ullmann's Enzyklopädie der technischen Chemie, de la editorial Chemie, Weinheim, 4 edición, tomo 21, página 171, se describe el hecho de que sulfuro de hidrógeno que abandona el reactor sobre la parte superior, después de atravesar un intercambiador directo con aproximadamente 200°C, es conducido a través de un filtro de coque, en el cual se separa azufre que es arrastrado.

De acuerdo con la solicitud DE 558 432 se produce sulfuro de hidrógeno mediante la conducción de hidrógeno sobre un aspersor en azufre líquido. Los gases generados atraviesan un catalizador y, para la separación del azufre que ha quedado en el gas, son conducidos desde el reactor hacia un refrigerante. Desde el refrigerante, el azufre es conducido nuevamente hacia el fondo del reactor.

El objeto de la presente invención consiste en proporcionar un método y un dispositivo para producir sulfuro de hidrógeno, los cuales eviten las desventajas del estado del arte. En particular, es objeto de la presente invención proporcionar un método y un dispositivo que posibiliten una producción de sulfuro de hidrógeno lo más puro posible, con proporciones de azufre en el gas que ocasionen la menor cantidad posible de precipitaciones, con el menor coste posible.

De acuerdo con la invención, dicho objeto se alcanzará a través de un método para la producción continua de sulfuro de hidrógeno H_2S , donde en un flujo de gas crudo que contiene H_2S que se presenta durante la producción se encuentran contenidos polisulfanos (H_2S_x), donde el flujo de gas crudo es conducido a temperaturas de 114 a 165° a través de material catalíticamente activo que se encuentra contenido en un recipiente, de forma especialmente preferente en el carbono activo que se encuentra contenido en el recipiente y/o en el tamiz molecular que se encuentra contenido en el recipiente, donde el azufre que se acumula en el fondo del recipiente es recolectado y es reconducido para producir H_2S , donde entre un refrigerante y el reactor se encuentra dispuesta una línea, a través de la cual el flujo de gas crudo es conducido en una dirección desde el reactor hacia el refrigerante y es conducido en una dirección opuesta, desde el refrigerante hacia el reactor, a través del azufre reconducido.

El flujo de gas crudo que contiene H_2S puede ser producido según uno de los métodos conocidos por el experto, por ejemplo de acuerdo con Ullmann's Encyclopedia of industrial Chemistry, sexta edición, de la editorial Wiley-VCH Verlag (2003) vol. 17, 291-292, o según las solicitudes US 2,876,071, DE 111 34 46, CS 263599 ó GB 1,193,040.

En el flujo de gas crudo que contiene H_2S pueden estar contenidos polisulfanos (H_2S_x , donde $x \geq 2$), como impurezas. Los mismos se forman, por ejemplo dentro de un rango de temperatura determinado, al enfriarse un flujo de gas crudo caliente que contiene H_2S , el cual es conducido desde un reactor, en donde tiene lugar la síntesis de H_2S . Por encima de 350 °C, el H_2S_x es inestable y se descompone en azufre y H_2S . En el rango de temperatura de aproximadamente 200 a 290 °C, el H_2S reacciona en el flujo de gas crudo con S, formando H_2S_x . En el caso de temperaturas inferiores a 170 °C, la formación de H_2S_x no cumple ningún papel fundamental.

Los polisulfanos contenidos en el flujo de gas crudo que contiene H_2S no deben precipitar al enfriarse en la instalación utilizada para producir H_2S y no deben descomponerse en azufre y H_2S después de un tiempo de permanencia determinado, ya que como consecuencia se producirían deposiciones de azufre. Por lo tanto, el flujo de gas crudo que contiene H_2S y los polisulfanos contenidos en el mismo, de acuerdo con la invención, son conducidos a través de material catalíticamente activo contenido en el recipiente previsto para ello, para una conversión controlada de polisulfanos en H_2S y azufre. Preferentemente, como material catalíticamente activo se utiliza carbono activo y/o un tamiz molecular y/o un catalizador de hidrogenación, de forma especialmente preferente carbono activo y/o un tamiz molecular. Como catalizador de hidrogenación se utiliza preferentemente un material del catalizador que contiene al menos un elemento seleccionado del grupo Ni, W, Mo, Co y V en forma oxidica o sulfídica, sobre un soporte de óxido de aluminio o de óxido de silicio. De forma especialmente preferente, el flujo de gas crudo que contiene H_2S y los polisulfanos allí contenidos son conducidos a través de carbono activo contenido en un recipiente y/o de un tamiz molecular, los cuales se utilizan como catalizador para la conversión controlada de polisulfanos en H_2S y azufre. En el recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, por consiguiente, se produce azufre proveniente de la transformación de los polisulfanos y eventualmente pueden producirse de forma adicional gotas de azufre arrastradas, contenidas en el flujo de gas crudo, o un exceso de azufre proporcionado para la síntesis. Preferentemente, sin embargo, las gotas de azufre arrastradas y un exceso de azufre ya son separados en un refrigerante que se encuentra conectado aguas arriba del recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular.

De acuerdo con la invención, el flujo de gas crudo es conducido a través del material catalíticamente activo, preferentemente a través del carbono activo y/o del tamiz molecular, a temperaturas de 114 a 165 °C, preferentemente de 123 a 163 °C, de forma especialmente preferente de 127 a 162 °C, en particular de 130 a 161 °C, de forma completamente preferente de 135 a 160 °C. Éstas se tratan de las temperaturas del material catalíticamente activo. Manteniendo la temperatura del flujo de gas por encima de 114 °C durante el paso a través del carbono activo y/o del tamiz molecular se asegura que el azufre que se produce (desde la descomposición de H_2S_x y eventualmente desde el flujo de gas crudo) permanezca en la masa fundida. Manteniendo la temperatura del flujo de gas por debajo de 165°C, en particular por debajo de 160°C, la viscosidad del azufre saturado con H_2S se mantiene suficientemente reducida. Debido a ello, el azufre que se encuentra presente puede fluir desde el material catalíticamente activo, preferentemente desde el carbono activo (por ejemplo desde un lecho de carbono activo) y/o desde el tamiz molecular, y alcanzar el fondo del recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular. El azufre acumulado en el fondo, de acuerdo con la invención, es reconducido para producir H_2S (preferentemente hacia el reactor utilizado para la síntesis de H_2S).

A través de la descarga continua del azufre desde el recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, no se carga de azufre o apenas se carga con azufre. Un cambio del material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, por lo tanto, no es necesario o sólo es necesario en raras ocasiones, de manera que se alcanza un consumo reducido de material catalíticamente activo, donde los costes de eliminación, así como los daños para el medio ambiente, pueden evitarse en gran medida, por ejemplo en el caso de la combustión del carbono. Además, puede prescindirse de un segundo recipiente con material catalíticamente activo, al cual debería cambiarse en el caso de un cambio del material catalíticamente activo, en el primer recipiente. A través de la reconducción del azufre que se produce en el recipiente en la reacción de síntesis es posible reducir el consumo de materiales crudos.

La invención hace referencia además a un dispositivo para la producción continua de sulfuro de hidrógeno H_2S , el cual comprende un reactor para la reacción de azufre e hidrógeno, un refrigerante conectado al reactor, para enfriar un flujo de gas crudo que contiene H_2S , proveniente del reactor, a una temperatura de 123 a 165 °C, preferentemente de 127 a 163 °C, de forma especialmente preferente de 130 a 162 °C, en particular de 135 a 161 °C, de forma completamente preferente de 150 a 160 °C, un recipiente conectado con el refrigerante, el cual contiene material catalíticamente activo, preferentemente carbono activo y/o un tamiz molecular, con un fondo para recolectar azufre que se presenta en el flujo de gas crudo que contiene polisulfanos (H_2S_x) de 114 a 165 °C, preferentemente de 123 a 163 °C, de forma especialmente preferente de 127 a 162 °C, en particular de 130 a 161 °C, de forma completamente preferente de 135 a 160 °C, y una línea conectada con el fondo del recipiente, la cual desemboca en el refrigerante, para reconducir el azufre hacia el reactor. El dispositivo de acuerdo con la invención se utiliza para ejecutar el método de acuerdo con la invención.

En el reactor se realiza la reacción para la síntesis de H_2S . Desde el reactor hacia el refrigerante es conducido un flujo de gas crudo que contiene H_2S . El refrigerante enfría ese flujo de gas crudo de 114 a 165°C. Desde el refrigerante, un flujo de gas crudo que contiene H_2S , el cual contiene polisulfanos (H_2S_x), es conducido hacia el recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente carbono activo y/o un tamiz molecular. El azufre que se encuentra presente en el recipiente a una temperatura de 114 a 165 °C, preferentemente de 123 a 163 °C, de forma especialmente preferente de 127 a 162 °C, en particular de 130 a 161 °C, de forma completamente preferente de 135 a 160 °C (proveniente de la descomposición de los polisulfanos, eventualmente de la separación de un excedente de azufre y eventualmente de la separación de azufre que fue arrastrado, preferentemente desde la descomposición de los polisulfanos), es recolectado en el fondo del recipiente y, de forma indirecta mediante el refrigerante o, de forma directa en el reactor, es reconducido a la reacción de síntesis. De manera preferente, el azufre que se encuentra presente es reconducido indirectamente hacia el reactor mediante el refrigerante. La separación de las gotas de azufre arrastradas y del azufre excedente tiene lugar preferentemente en un refrigerante conectado aguas arriba del recipiente que contiene el material catalíticamente activo (condensador parcial).

De acuerdo con una forma de ejecución preferente de la presente invención, el flujo de gas crudo es introducido en el recipiente con una temperatura de entrada de 127 a 163 °C, de forma especialmente preferente de 130 a 162 °C, en particular de 135 a 161 °C, de forma completamente preferente de 150 a 160 °C, a través del material catalíticamente activo, preferentemente carbono activo y/o un tamiz molecular, y es conducido hacia el exterior del recipiente con una temperatura de salida de 121 a 160 °C, preferentemente de 124 a 158 °C, de forma especialmente preferente de 126 a 157 °C, en particular de 130 a 156 °C, de forma completamente preferente de 140 a 155 °C. De este modo, el flujo de gas crudo libera su calor, por ejemplo a un circuito secundario, el cual se calienta por ejemplo a una temperatura de 110 a 120°C, con el cual es operado el refrigerante.

El material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, afluye preferentemente desde abajo (desde el fondo) con el flujo de gas crudo, para garantizar que el flujo de gas crudo purificado que sale en la parte superior del recipiente no contenga nada de azufre arrastrado que ha sido separado en el recipiente. De manera preferente, la purificación del flujo de gas crudo que contiene polisulfanos tiene lugar en una etapa, en un

único recipiente que contiene material catalíticamente activo, preferentemente carbono activo y/o un tamiz molecular.

5 El material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular se encuentra presente en el recipiente preferentemente como lecho sólido, con una altura aparente de al menos 1 m, preferentemente de al menos 1,5 m. La relación de la altura con respecto al diámetro del lecho asciende preferentemente de 0,1 a 10, de manera preferente de 0,2 a 7, de forma especialmente preferente de 0,3 a 5, de forma completamente preferente de 0,4 a 5, en particular de 0,5 a 2. La pérdida de presión mediante el material catalíticamente activo, preferentemente el lecho de carbono activo y/o el lecho del tamiz molecular, de manera preferente cumple con la condición

$$\frac{\rho}{2} v^2 \leq f \cdot \Delta p$$

10 donde f se ubica entre 0,05 y 0,5, preferentemente entre 0,1 y 0,3, ρ representa la densidad del flujo de gas crudo, v representa la velocidad de circulación del flujo de gas crudo en la sección transversal de entrada del recipiente y Δp representa la pérdida de presión mediante el material catalíticamente activo.

15 Como material catalíticamente puede utilizarse cualquier carbono activo conocido por el experto, en particular carbono activo producido a partir de madera, hulla, turba o nuez de coco. De manera preferente se trata de partículas de carbono activo de un tamaño de 2 a 15 mm, más preferentemente de 3 a 5 mm. El carbono activo puede estar presente por ejemplo en forma de pequeños cilindros con un diámetro de 4 mm. El volumen de los poros del carbono activo asciende preferentemente a más de 30 cm³/100 g. La superficie interna del carbono activo preferentemente es >900 m²/g, de forma especialmente preferente >1100 m²/g. El carbono activo puede comprender una o más clases de carbono activo. A modo de ejemplo, en el recipiente de carbono activo pueden utilizarse una
20 primera capa de una primera clase de carbono activo y una segunda capa dispuesta sobre la misma, de una segunda clase de carbono activo.

Tamices moleculares adecuados como material catalíticamente activo se describen por ejemplo en Robert H. Perry, y otros, Chemical Engineers Handbook, McGraw-Hill Book Company, sexta edición. Se consideran preferentes los tamices moleculares del tipo 3A, tipo 4A, tipo 5A, tipo 10A, tipo 13X, silicalita, zeolita Y no aluminizada, mordenita y cabasita. Se considera especialmente preferente un tamiz molecular del tipo 4A.
25

Preferentemente, el flujo de gas crudo que contiene H₂S es conducido a través del recipiente que contiene material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, con un tiempo de permanencia en el tubo vacío de 1 hasta 200 s, preferentemente de 2 hasta 100 s, de forma especialmente preferente de 5 hasta 80 s, de forma completamente preferente de 10 hasta 50 s. La velocidad del tubo vacío asciende preferentemente de 0,01 a 1 m/s, de manera preferente de 0,02 a 0,5 m/s, de forma completamente preferente de 0,04 a 0,3 m/s, de forma completamente preferente de 0,05 a 0,2 m/s. La presión absoluta en el recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, asciende preferentemente de 0,2 a 20 bar, de manera preferente de 0,4 a 10 bar, de forma especialmente preferente de 0,8 a 6 bar, de forma completamente preferente de 1 a 5 bar. En la entrada del recipiente puede proporcionarse un dispositivo distribuidor de gas, el cual contiene placas de desviación, tubos de entrada y/o tubos de entrada perforados, para distribuir el flujo de gas crudo en el recipiente.
30
35

De acuerdo con una forma de ejecución preferente de la presente invención, el dispositivo acorde a la invención comprende un reactor para la producción continua de H₂S a través de la conversión de una mezcla de eductos que esencialmente contiene azufre gaseoso e hidrógeno, en un catalizador, donde el reactor comprende una masa fundida de azufre en una parte inferior del reactor, en donde puede introducirse hidrógeno gaseoso mediante un dispositivo de suministro. El catalizador (preferentemente como lecho sólido) se encuentra dispuesto en al menos un tubo en forma de U, el cual se encuentra en contacto parcialmente con la masa fundida de azufre, donde al menos un tubo en forma de U presenta en un lado una abertura de entrada dispuesta por encima de la masa fundida de azufre, a través de la cual la mezcla de eductos puede ingresar hacia el tubo en forma de U, una vía de flujo dentro de al menos un tubo en forma de U, a lo largo de la cual la mezcla de eductos puede ser convertida en un área de reacción, en donde se encuentra dispuesto el catalizador, y donde al menos un tubo en forma de U presenta una abertura de paso en otro lado, a través de la cual puede salir un producto hacia un área de producto (separada del área del educto).
40
45

Preferentemente, el reactor comprende un cuerpo central cilíndrico o en forma de prisma, rodeado por una cubierta del reactor, el cual en ambos extremos se encuentra cerrado respectivamente por una campana. Las campanas pueden presentar cualquier forma adecuada, donde por ejemplo pueden estar diseñadas de forma semiesférica o cónica.
50

Preferentemente, el reactor, en una parte inferior, se encuentra llenado con una masa fundida de azufre. Mediante un dispositivo de suministro, en la masa fundida de azufre puede introducirse hidrógeno gaseoso, donde por encima

de la masa fundida de azufre se acumula en un área de eductos una mezcla de eductos que contiene azufre esencialmente gaseoso e hidrógeno gaseoso, la cual, mediante un límite de fase, se encuentra en contacto con la masa fundida de azufre, la cual está delimitada hacia arriba preferentemente por una subdivisión, por ejemplo por una base. En una forma de ejecución preferente de la presente invención, la base, en una parte superior del reactor, se encuentra unida a la cubierta del reactor, preferentemente en el tercio superior, de forma especialmente preferente en el cuarto superior del espacio interno del reactor.

En el reactor utilizado, de forma preferente se proporciona al menos un tubo en forma de U, el cual se encuentra en contacto, al menos parcialmente, con la masa fundida de azufre. Por tanto, el reactor se encuentra diseñado como un reactor multitubular, con tubos de contacto realizados en forma de U. Un tubo en forma de U de esa clase presenta dos lados que, en sus extremos inferiores, están unidos unos a otros a través de un área en forma de arco. Los tubos en forma de U pueden presentar lados respectivamente de un largo diferente o, preferentemente, del mismo largo. Los tubos en forma de U pueden presentar por ejemplo un diámetro de los lados de entre 2 y 20 cm, en particular de entre 2,5 y 15 cm, de forma especialmente preferente, de entre 5 y 8 cm. Preferentemente, al menos un tubo en forma de U se encuentra dispuesto de forma vertical en el reactor, donde el área en forma de arco se encuentra abajo y los dos extremos de los lados se encuentran arriba.

En el contexto de la presente invención, "estar en contacto" significa que puede tener lugar un intercambio de calor entre la masa fundida de azufre y el espacio interno del tubo, mediante la pared del tubo. De manera preferente, al menos un tubo en forma de U se sumerge parcialmente en la masa fundida de azufre.

Dentro de al menos un tubo en forma de U preferentemente se encuentra dispuesto un catalizador para la conversión de hidrógeno y azufre para formar H_2S de manera que se proporciona un área de reacción. En el contexto de la presente invención, como área de reacción se denomina aquella área dentro de los tubos en forma de U, en donde se encuentra el catalizador. La conversión de los eductos tiene lugar principalmente en el área de reacción que contiene el catalizador. El proporcionar un área de reacción en los tubos en forma de U permite un modo de construcción compacto del reactor en cuanto a la longitud del reactor, ya que el área de reacción proporcionada para la conversión de hidrógeno con azufre para formar H_2S puede dividirse en los dos lados de un tubo en forma de U. A través de la utilización del catalizador, la conversión para formar H_2S puede realizarse a temperaturas moderadas y a una presión reducida. Preferentemente, el catalizador se encuentra dispuesto en forma de un lecho sólido vertido en al menos un tubo en forma de U. Se consideran como catalizadores adecuados los catalizadores que contienen por ejemplo cobalto y molibdeno sobre un soporte, los cuales pueden utilizarse como cuerpo base de cualquier forma. A modo de ejemplo, el diámetro del cuerpo asciende de 2 a 12 mm, en particular se ubica entre 3 y 10 mm, de forma especialmente preferente entre 4 y 8 mm, y la longitud se ubica preferentemente entre 2 y 12 mm, en particular entre 3 y 10 mm, de forma especialmente preferente entre 4 y 8 mm.

Durante la producción de sulfuro de hidrógeno utilizando la forma de ejecución preferente del reactor, la mezcla de eductos ingresa desde el área de eductos hacia un lado de al menos un tubo en forma de U, a través de al menos una abertura de entrada. La abertura de entrada está dispuesta en un lado de al menos un tubo en forma de U, por encima de la masa fundida de azufre. La abertura de entrada, desde el área de eductos, desemboca en un lado del tubo en forma de U. La distancia entre el límite de fase de la masa fundida de azufre y la abertura de entrada del tubo en forma de U se selecciona de manera que la menor cantidad de azufre poco líquido quede atrapada en forma de gotas con el flujo de la mezcla de eductos, en el espacio interno de los tubos en forma de U. La distancia entre la abertura de entrada y el límite de fase de la masa fundida de azufre se ubica preferentemente entre 0,3 y 3 m, en particular entre 0,6 y 2,5 m, de forma especialmente preferente entre 0,9 y 2 m.

En la producción de sulfuro de hidrógeno utilizando la forma de ejecución preferente del reactor, la mezcla de eductos atraviesa el tubo en forma de U a lo largo de una vía de flujo, es decir que primero, después de ingresar a través de la abertura de entrada, atraviesa un lado del tubo en forma de U, desde arriba hacia abajo, atraviesa el área en forma de arco del tubo en forma de U hacia el segundo lado, atravesando finalmente el segundo lado desde abajo hacia arriba. La mezcla de eductos reacciona principalmente en el área de reacción que está contenida dentro del tubo en forma de U, en el catalizador dispuesto en dicho lugar. A través de una abertura de salida en el segundo lado del tubo en forma de U, el gas que contiene el producto ingresa a un área de productos (preferentemente dispuesta por encima de la masa fundida de azufre y por encima del área de eductos), la cual se encuentra separada del área de eductos (por ejemplo a través de una base).

Al reactor se le suministra hidrógeno gaseoso y azufre líquido, preferentemente mediante un dispositivo de suministro adecuado. En un lugar adecuado, desde el área de producto del reactor, es conducido el producto sulfuro de hidrógeno, por ejemplo en una campana superior.

Los dos lados de un tubo en forma de U, de forma preferente respectivamente en un extremo superior, están unidos a una base del reactor, la cual a su vez se encuentra fijada de forma adecuada en una parte superior del reactor, en la cubierta del reactor. Preferentemente, la base del reactor subdivide el reactor en dos partes, determinando en particular un área de productos situada encima. La fijación preferente de al menos un tubo en forma de U en una base unida a la cubierta del reactor permite modificaciones térmicas de la longitud del reactor y de los tubos en

forma de U, independientemente unas de otras, ya que el haz tubular en forma de U sólo se encuentra fijado mediante la base en la cubierta del reactor, de manera que en la construcción del reactor puede prescindirse de compensadores. A través de la unión de los tubos en forma de U con la base en los extremos superiores de sus lados, de manera ventajosa, se logra que los tubos se establezcan en correspondencia con la fuerza de gravedad.

- 5 De acuerdo con una forma de ejecución preferente de la presente invención, en una sección superior del reactor, preferentemente cerca de la campana superior, se encuentra dispuesta una base que divide el espacio interno del reactor en una parte inferior situada debajo y una parte superior situada por encima.

10 Preferentemente, la parte superior contiene el área del producto, la cual durante el funcionamiento del reactor contiene principalmente el producto sulfuro de hidrógeno. Respectivamente un lado de los tubos en forma de U se encuentra en una conexión abierta con el área del producto.

15 La parte inferior del reactor contiene preferentemente el área de eductos directamente por debajo de la base y por debajo una masa fundida de azufre, hacia donde se suministra el azufre líquido desde una fuente externa y/o como retorno. Los tubos en forma de U se encuentran parcialmente en contacto térmico con la masa fundida de azufre, donde preferentemente se encuentran dispuestos parcialmente de forma directa en la masa fundida de azufre, sumergiéndose por tanto en la masa fundida de azufre. De este modo tiene lugar una transmisión de la energía térmica que se libera en la reacción exotérmica para formar H_2S , mediante al menos un tubo en forma de U, hacia la masa fundida de azufre circundante. El calor de reacción se utiliza para una evaporación del azufre contenido dentro. Este acoplamiento térmico posibilita un procedimiento conveniente desde el punto de vista energético, donde el suministro de calor externo se reduce considerablemente o no es necesario. Al mismo tiempo puede evitarse un sobrecalentamiento del catalizador, gracias a lo cual se incrementa la vida útil del catalizador.

20 Para una buena transmisión de la energía térmica, de manera preferente, la resistencia térmica de la carga del catalizador se mantiene lo más reducida posible en el área de reacción. Preferentemente, para la conversión de los eductos para formar H_2S se proporciona una pluralidad de tubos en forma de U que contienen el catalizador, de manera que la respectiva ruta desde el centro de la carga del catalizador hacia la pared del tubo es reducida. Preferentemente, la relación de la suma de las superficies de la sección transversal de todos los tubos de contacto (así como de todos los lados de los tubos de contacto en forma de U), referido a la superficie de la sección transversal del cuerpo del reactor (preferentemente cilíndrico), se ubica entre 0,05 y 0,9; en particular entre 0,15 y 0,7; de forma especialmente preferente entre 0,2 y 0,5; de forma completamente preferente entre 0,25 y 0,4.

30 Para que exista un contacto térmico suficiente para la transmisión de calor desde el tubo en forma de U hacia la masa fundida de azufre circundante se pretende que del 20 hasta el 100% de la superficie lateral externa de un tubo respectivamente en forma de U se encuentre en contacto con la masa fundida de azufre a lo largo del área de reacción que contiene el catalizador. Para que la transmisión de calor hacia la masa fundida de azufre funcione correctamente, en el lugar en donde tiene lugar la reacción en el tubo en forma de U, la superficie lateral externa del tubo en forma de U, a lo largo del área de reacción que contiene el catalizador, debe estar rodeada por la masa fundida de azufre en más del 20%, preferentemente en más del 50%, de forma especialmente preferente en más del 80%. En el caso de un nivel de carga demasiado reducido de la masa fundida de azufre en el reactor y, con ello, de un contacto demasiado reducido del tubo en forma de U y de la masa fundida de azufre, existe el peligro de que el calor de reacción no se disipe de forma suficiente.

40 En la dirección de flujo de la mezcla de eductos, dentro de al menos un tubo en forma de U, la mezcla de eductos, después de ingresar en el tubo en forma de U, puede atravesar primero un lecho inerte, donde azufre líquido eventualmente atrapado, contenido en forma de gotas, se separa en ese lecho inerte desde la mezcla de eductos. A modo de ejemplo, una parte del azufre líquido puede estar presente en la mezcla de eductos que contiene hidrógeno gaseoso y azufre, de hasta 100.000 en peso en partes por millón. Para la separación de las gotas de azufre, de manera preferente, una parte del lecho inerte, referido al lecho total en base al lecho inerte y al lecho del catalizador, se proporciona en al menos un tubo en forma de U, de 1 a 30%, en particular de 2 a 25 %, preferentemente de 5 a 20 %, de forma especialmente preferente de 8 a 16 %. El lecho inerte puede estar compuesto por cuerpos de cualquier forma, por ejemplo por apilamientos o preferentemente por esferas, las cuales son de un material adecuado, por ejemplo de óxido de circonio o preferentemente de óxido de aluminio.

50 Preferentemente, hidrógeno gaseoso se conduce a la masa fundida de azufre en el reactor mediante un dispositivo de suministro, distribuyéndose en la masa fundida de azufre mediante un dispositivo distribuidor.

Preferentemente, el dispositivo distribuidor comprende una placa del distribuidor dispuesta horizontalmente en el reactor y un borde que se extiende hacia abajo. El hidrógeno introducido por debajo del dispositivo distribuidor se acumula debajo de la placa del distribuidor formando una burbuja de hidrógeno en el espacio delimitado por el borde que se extiende hacia abajo y la placa del distribuidor.

De manera preferente, el dispositivo de suministro comprende un tubo abierto en ambos extremos, dispuesto de forma vertical en el reactor, el cual está dispuesto por debajo del dispositivo distribuidor y cuyo extremo superior preferentemente sobresale hacia dentro, en el espacio limitado por la placa del distribuidor y por el borde que se extiende hacia abajo, donde preferentemente sobresale hacia dentro de la burbuja de hidrógeno. Al sobresalir hacia dentro en el espacio por debajo de la placa del distribuidor y especialmente en la burbuja de hidrógeno conformada debajo, de manera ventajosa, se evita una entrada de hidrógeno irregular hacia la masa fundida de azufre.

En el tubo vertical del dispositivo de suministro, preferentemente de forma lateral, desemboca un tubo de entrada que se extiende de forma oblicua, a través del cual el hidrógeno se introduce desde fuera del reactor. De manera ventajosa, el dispositivo de suministro está diseñado de manera que el azufre que ingresa en el tubo dispuesto de forma vertical puede descargarse libremente hacia abajo, sin obstruir el dispositivo de suministro para el hidrógeno. El hidrógeno asciende hacia arriba en el tubo dispuesto de forma vertical, acumulándose por debajo del dispositivo distribuidor.

Preferentemente, el dispositivo distribuidor comprende una placa del distribuidor dispuesta horizontalmente en el reactor (preferentemente con aberturas de paso), y un borde que se extiende hacia abajo. La placa del distribuidor preferentemente plana se extiende sobre casi toda la superficie de la sección transversal del reactor, donde entre la cubierta del reactor y el dispositivo distribuidor permanece una abertura. La abertura entre el borde del dispositivo distribuidor y la cubierta del reactor posee preferentemente una anchura de entre 1 y 50 mm, en particular de entre 2 y 25 mm, de forma especialmente preferente de entre 5 y 10 mm. La forma de la placa del distribuidor se orienta según la geometría del reactor, en donde se encuentra dispuesta. La misma puede ser por ejemplo circular o poligonal, o puede presentar cualquier otra forma. Preferentemente, en la circunferencia externa de la placa del distribuidor pueden proporcionarse escotaduras que constituyen aberturas de paso por ejemplo para una conducción de hidrógeno, una línea de entrada de azufre y una línea de reconducción de azufre. De este modo, la abertura entre el dispositivo distribuidor y la cubierta del reactor sólo puede presentar una anchura reducida, de manera que se evita una oscilación del dispositivo distribuidor en el reactor. El hidrógeno introducido por debajo del dispositivo distribuidor se acumula debajo de esa placa del distribuidor formando una burbuja de hidrógeno en el espacio delimitado por el borde que se extiende hacia abajo y la placa del distribuidor. Preferentemente, la placa del distribuidor se encuentra dispuesta de forma horizontal en el reactor, de manera que la burbuja de hidrógeno que se acumula por debajo de la placa del distribuidor presenta una altura casi constante.

El hidrógeno acumulado, mediante el borde que se extiende hacia abajo cuando la burbuja de hidrógeno ha alcanzado una cierta altura, y/o a través de las aberturas de paso proporcionadas en la placa del distribuidor, se distribuye en la masa fundida de azufre. El hidrógeno proveniente de la burbuja de hidrógeno, mediante el borde, a través de un espacio entre el dispositivo distribuidor y la cubierta del reactor, puede distribuirse en la masa fundida de azufre. Preferentemente, el área del borde del dispositivo distribuidor está diseñada en forma de punta, gracias a lo cual el hidrógeno acumulado puede distribuirse en burbujas de gas finas.

En una forma de ejecución preferente, la placa del distribuidor, del dispositivo distribuidor, dispuesta preferentemente de forma horizontal en el reactor, contiene aberturas de paso. A través de las aberturas de paso en la placa del distribuidor, el hidrógeno acumulado se dispersa distribuido de forma regular desde la burbuja de hidrógeno hacia la masa fundida de azufre que se encuentra sobre la placa del distribuidor. La cantidad de las aberturas de paso en la placa del distribuidor, entre otras cosas, se orienta al flujo volumétrico del hidrógeno introducido y preferentemente asciende de 2 a 100, en particular de 4 a 50, de forma especialmente preferente de 8 a 20 por 100 Norm-m³/h. Las aberturas de paso pueden estar realizadas por ejemplo de forma circular o como ranuras, donde los diámetros preferentes, así como las anchuras de la ranura, se ubican de 2 a 30 mm, preferentemente de 5 a 20 mm, de forma especialmente preferente de 7 a 15 mm. De manera preferente, las aberturas de paso están dispuestas de forma regular en la placa del distribuidor. La parte de la superficie de las aberturas de paso, referido a la superficie de la placa del distribuidor, se ubica preferentemente entre 0,001 y 5 %, preferentemente entre 0,02 y 1 %, de forma especialmente preferente entre 0,08 y 0,5 %.

Para lograr un buen mezclado de la masa fundida de azufre a través del hidrógeno ascendente y, con ello, para garantizar un atrapado lo más eficiente posible del azufre en el hidrógeno que asciende, la velocidad del gas, del hidrógeno dispersado a través de las aberturas de paso, se ubica preferentemente entre 20 y 500 m/s, en particular entre 50 y 350 m/s, preferentemente entre 90 y 350 m/s, de forma especialmente preferente entre 150 y 250 m/s.

Si en particular en caso de un descenso de la temperatura se produce una entrada de azufre en las aberturas de paso, el cual se solidifica en las aberturas de paso, la distribución de hidrógeno se detiene en el dispositivo distribuidor a través de las aberturas de paso. El hidrógeno acumulado puede dispersarse también sobre el área del borde que se extiende hacia abajo, hacia la masa fundida de azufre, donde el hidrógeno se distribuye entonces desde la burbuja de hidrógeno, en la masa fundida de azufre contenida en una abertura entre el dispositivo distribuidor y la cubierta del reactor. Preferentemente, el área del borde del dispositivo distribuidor está diseñada en forma de punta, gracias a lo cual el hidrógeno acumulado debajo se distribuye en burbujas de gas finas.

En el caso de una introducción simple de hidrógeno en la masa fundida de azufre, por ejemplo mediante un tubo de introducción vertical sin un dispositivo distribuidor de esa clase, puede resultar una distribución no homogénea del hidrógeno. En las proximidades del tubo de introducción, burbujas de hidrógeno de gran tamaño ascienden hacia la masa fundida de azufre. En otras áreas de la masa fundida de azufre apenas se presenta hidrógeno. Debido a ello pueden producirse oscilaciones del tubo en forma de U. En la forma de ejecución preferente del reactor, el dispositivo distribuidor contenido en el reactor acorde a la invención, realizado como una campana abierta hacia abajo, sirve por tanto también para estabilizar los tubos en forma de U del haz tubular.

Para lograr una mayor estabilidad de los tubos en forma de U, al menos un tubo en forma de U puede conectarse al dispositivo distribuidor cerca de su área inferior en forma de arco, el cual, a través de su dimensionamiento, limita el rango de oscilaciones del tubo en forma de U, así como del haz tubular correspondiente, en dirección horizontal. De este modo, el dispositivo distribuidor, a su vez, no se encuentra conectado directamente a la cubierta del reactor, sino que más bien se encuentra conectado de forma indirecta a la cubierta del reactor, mediante la unión de los tubos en forma de U con la base. Gracias a ello pueden evitarse problemas debido a tensiones entre el reactor, los tubos en forma de U y el dispositivo distribuidor, ocasionadas por las modificaciones térmicas de la longitud.

En una forma de ejecución, la placa del distribuidor se encuentra unida con los respectivos lados de al menos un tubo en forma de U, cerca del extremo inferior del tubo en forma de U, por ejemplo mediante soldadura, donde una sección del tubo en forma de U, el cual comprende al menos una parte del área en forma de arco, se encuentra por debajo de la placa del distribuidor. Puesto que esa sección del tubo en forma de U no se encuentra en contacto con la masa fundida de azufre, sino más bien sobresale en el área de la burbuja de hidrógeno acumulado por debajo del dispositivo distribuidor, el tubo en forma de U preferentemente en esa sección no contiene un lecho del catalizador. De este modo no tiene lugar una conversión para formar H_2S y no se produce calor de reacción exotérmico que deba ser disipado. Dentro de al menos un tubo en forma de U pueden proporcionarse subdivisiones que separan el área del lecho del catalizador del área sin lecho, donde las subdivisiones sin embargo deben ser permeables para eductos y productos de la producción de H_2S .

De manera preferente, en la presente invención se proporcionan un dispositivo de suministro y un dispositivo distribuidor para hidrógeno gaseoso en una sección inferior del reactor, por ejemplo cerca de la campana inferior. El hidrógeno introducido mediante el dispositivo de suministro hacia la masa fundida de azufre asciende a través de la masa fundida en forma de burbujas de gas distribuidas a través del dispositivo distribuidor, debido a lo cual azufre queda atrapado desde la masa fundida, acumulándose en el área de eductos del reactor (por ejemplo por debajo de una base superior del reactor), como mezcla de eductos que se encuentra en contacto con la masa fundida de azufre mediante un límite de fases.

La mezcla de eductos contiene hidrógeno gaseoso y azufre en una relación molar que se regula a través de los parámetros dominantes en el procedimiento, es decir, temperatura, presión y la cantidad de hidrógeno introducido, correspondiente al equilibrio de evaporación del azufre. De este modo, a través de la selección de los parámetros del procedimiento puede regularse un exceso de hidrógeno o de azufre o también una relación molar correspondiente a la estequiometría de la reacción, dependiendo de la condición deseada de reacción de la transformación para formar H_2S . Preferentemente, en el caso de la presente invención se regula un exceso de azufre, para alcanzar una conversión lo más completa posible del hidrógeno con el azufre, para formar H_2S . Preferentemente, el exceso de azufre por kilogramo de H_2S generado se ubica entre 0,2 y 3,0; en particular entre 0,4 y 2,2; de forma preferente entre 0,6 y 1,6; de forma especialmente preferente entre 0,9 y 1,2.

El método para la producción continua de H_2S comprende preferentemente la conversión de una mezcla de eductos que contiene esencialmente azufre gaseoso e hidrógeno, en un catalizador, donde preferentemente se proporciona una masa fundida de azufre al menos en una parte inferior del reactor, en donde se introduce hidrógeno gaseoso. Durante el método, la mezcla de eductos, por ejemplo desde un área de eductos, puede ser conducida hacia un lado de al menos un tubo en forma de U, a través de al menos una abertura de entrada dispuesta por encima de la masa fundida de azufre, a lo largo de una vía de flujo, a través de al menos un tubo en forma de U que se encuentra parcialmente en contacto con la masa fundida de azufre, y puede ser convertida en un catalizador dispuesto en la vía de flujo, en un área de reacción. Un producto puede ser conducido desde al menos una abertura de salida hacia otro lado del tubo en forma de U, hacia un área de productos (preferentemente separada del área de eductos). Preferentemente, la síntesis de H_2S se realiza en el reactor que se ha descrito anteriormente.

El método preferente para la síntesis de H_2S se ejecuta en el reactor a temperaturas de la mezcla de eductos y del área de reacción que contiene el catalizador de 300 a 450°C, preferentemente de 320 a 425°C, de forma especialmente preferente de 330 a 400°C, debido a lo cual la carga de corrosión de los materiales seleccionados, de los elementos constructivos, se mantiene reducida. Preferentemente, la temperatura de la masa fundida de azufre se ubica entre 300 y 450°C, en particular entre 320 y 425°C, de forma preferente entre 330 y 400°C, de forma especialmente preferente entre 350 y 360°C. La temperatura en el espacio de eductos sobre el baño de azufre se ubica preferentemente entre 300 y 450°C, en particular entre 320 y 425°C, preferentemente entre 330 y 400°C, de forma especialmente preferente entre 350 y 360°C. La mezcla de productos que sale desde el área de reacción hacia el espacio de productos posee preferentemente una temperatura de entre 300 y 450°C, en particular entre 320

y 425°C, preferentemente entre 330 y 400°C, de forma especialmente preferente entre 350 y 360°C. Las presiones absolutas en el espacio de cubierta del reactor y en el interior de los tubos en forma de U se ubican preferentemente entre 0,5 a 10 bar, en particular entre 0,75 y 5 bar, de forma preferente entre 1 y 3 bar y de forma especialmente preferente entre 1,1 y 1,4 bar.

5 De manera preferente, el hidrógeno introducido en el reactor en el método preferente se dispersa en un dispositivo distribuidor proporcionado en la sección inferior del reactor, en la masa fundida de azufre. En primer lugar, la distribución del hidrógeno en la masa de azufre fundida contenida en la placa del distribuidor tiene lugar preferentemente mediante una placa del distribuidor, del dispositivo distribuidor, dispuesta horizontalmente en el reactor, a través de las aberturas de paso provistas para ello y/o mediante el área del borde, del borde que se
10 extiende hacia abajo, del dispositivo distribuidor, proveniente de una burbuja de hidrógeno acumulada debajo. Por ejemplo, si se detiene el pasaje de hidrógeno a través de las aberturas de paso, por ejemplo debido a azufre depositado dentro, la burbuja de hidrógeno se acumula en el espacio delimitado por la placa del distribuidor y el borde del dispositivo distribuidor que se extiende hacia abajo, de manera que, en segundo lugar, se distribuye hidrógeno sobre el área del borde que se extiende hacia abajo, hacia la masa fundida de azufre que lo rodea. De
15 este modo, el hidrógeno, desde la burbuja de hidrógeno, llega debajo del dispositivo distribuidor, a través de una abertura entre el dispositivo distribuidor y la cubierta del reactor, alcanzando la masa fundida de azufre que se encuentra presente sobre el dispositivo distribuidor. De este modo se garantiza que el hidrógeno se distribuya en la masa fundida de azufre en cantidad suficiente durante la producción continua de H₂S.

La tasa de evaporación del azufre, en la presente invención, preferentemente se regula de manera que la mezcla de
20 eductos contiene un exceso de azufre. El azufre excedente se deriva con el producto desde el área de productos del reactor y, posteriormente, es separado como masa fundida. Ese azufre líquido puede ser reconducido hacia la masa fundida de azufre contenida en la parte inferior del reactor, por ejemplo mediante una construcción de recolección y de derivación dispuesta en la parte superior del reactor, la cual, entre otras cosas, comprende un fondo de recolección y un tubo de retorno sumergido en la masa fundida de azufre, el cual parte de dicho fondo.
25 Preferentemente, un enfriamiento de los gases de H₂S que salen desde el reactor tiene lugar en un intercambiador de calor que sirve como refrigerante, donde se condensa el azufre excedente y se conduce de regreso hacia la masa fundida de azufre mediante la construcción de recolección y de derivación. Como medio refrigerante, agua a presión caliente puede introducirse en un circuito secundario.

De acuerdo con una forma preferente del método de acuerdo con la invención, el mismo comprende los pasos

- 30 • reacción de azufre gaseoso e hidrógeno en un catalizador (preferentemente sólido), en un reactor, con un exceso de azufre, para obtener un flujo de gas crudo que contiene H₂S,
- enfriamiento del flujo de gas crudo a una temperatura entre 123 y 165 °C, preferentemente entre 127 y 163 °C, de forma especialmente preferente entre 130 y 162 °C, en particular entre 135 y 161 °C, de forma completamente preferente entre 150 y 160 °C, en un refrigerante para separar el azufre excedente, y
- 35 • conducción del flujo de gas crudo desde el refrigerante hacia el recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular.

El flujo de gas crudo que contiene H₂S, conducido desde el reactor, posee preferentemente una temperatura de 290 a 400 °C. El azufre excedente es condensado al menos parcialmente en el refrigerante. Como medio de refrigeración
40 puede servir por ejemplo agua a presión caliente a 120°C, en un circuito secundario. El azufre que se encuentra presente en el refrigerante es reconducido hacia el reactor para producir H₂S. De este modo, el azufre puede ser reconducido hacia la masa fundida de azufre en el área de la cubierta del reactor, mediante una construcción especial de recolección y derivación.

De acuerdo con el método según la invención se proporciona una línea entre el refrigerante y el reactor, a través de la cual el flujo de gas crudo es conducido en una dirección desde el reactor hacia el refrigerante, y a través del
45 azufre reconducido es conducido en una dirección opuesta, desde el refrigerante hacia el reactor. El azufre condensado en el refrigerante a partir del flujo de gas crudo que contiene H₂, a modo de ejemplo, puede retornar en el fondo del mismo tubo hacia el reactor, a través del cual el flujo de gas crudo que contiene H₂S es conducido desde el área de productos del reactor hacia el refrigerante. Gracias a ello puede evitarse un conducto de retorno adicional. Entre otras cosas, esta conducción de tubo simplificada presenta la ventaja de que pueden ahorrarse dos
50 bridas que representarían posibles puntos de fuga, desde las cuales podría salir el sulfuro de hidrógeno altamente tóxico. Otra ventaja reside en el hecho de que la línea común actúa como un intercambiador de calor de contracorriente, en donde el azufre que retorna enfría el sulfuro de hidrógeno. De este modo, el refrigerante puede desarrollarse para una potencia de refrigeración más reducida. El azufre que retorna enfría el sulfuro de hidrógeno ya de forma directa después de la entrada en el área de productos del reactor, de manera que el área de producción
55 es protegida frente a zonas de gas demasiado calientes y, con ello, de la corrosión.

Es llamativo el hecho de que por ejemplo el azufre que sale del reactor con 350°C, el cual ya es nuevamente menos viscoso y, por ejemplo el azufre que retorna con 120°C, el cual aún es muy viscoso, pueden ser conducidos en un flujo inverso, sin que el azufre con viscosidad elevada, con 200°C, bloquee el tubo de unión. Es conocido el hecho de que el azufre que proviene del reactor con H₂S se encuentra saturado y que el H₂S reduce la viscosidad del azufre aproximadamente alrededor del factor 100, donde sin embargo eso no puede considerarse como suficiente.

De acuerdo con una forma de ejecución preferente de la presente invención, el azufre recolectado en el fondo del recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, es reconducido al reactor mediante el refrigerante. Preferentemente, se proporciona para ello una línea entre el refrigerante y el recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, a través de la cual el flujo de gas crudo es conducido en una dirección desde el refrigerante hacia el recipiente, y a través del azufre recolectado en el fondo del recipiente es conducido en una dirección opuesta, desde el recipiente hacia el refrigerante. El azufre que se forma en el recipiente, por ejemplo durante la descomposición de H₂S_x, fluye desde el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo (por ejemplo desde un lecho de carbono activo) y/o el tamiz molecular, acumulándose en el fondo del recipiente. Las temperaturas en el recipiente se seleccionan de manera que el azufre se encuentra en estado líquido y, por tanto, puede circular en el fondo y, desde allí, puede alcanzar el refrigerante a través de la línea. A través de la disposición de una única línea entre el recipiente que contiene el material catalíticamente activo, preferentemente el carbono activo y/o el tamiz molecular, y el refrigerante para conducir el flujo de gas crudo enfriado en una dirección desde el refrigerante hacia el recipiente y para reconducir azufre en la dirección opuesta, desde el fondo del recipiente hacia el refrigerante, se ahorra a su vez en bridas que pueden representar los posibles puntos de fuga. La interconexión de líneas tubulares se simplifica.

Preferentemente, las líneas del dispositivo que conducen el azufre líquido o gaseoso, en particular la línea entre el recipiente que contiene el carbono activo y/o el tamiz molecular y el refrigerante, entre el reactor y el refrigerante y/o la línea de entrada de azufre del reactor, están diseñadas con pendiente. Además, de manera preferente, esas líneas están realizadas con una regulación de la temperatura de 100 a 170°C. Para ello, se considera adecuada la utilización de líneas con cubierta doble o el revestimiento de las líneas con tubos flexibles corrugados regulables en cuanto a la temperatura, o un calentamiento eléctrico. De manera preferente se utilizan líneas con cubierta doble o tubos flexibles corrugados. Como medios de regulación de temperatura en la cubierta doble o en el tubo flexible corrugado se consideran adecuados por ejemplo vapor de agua o agua líquida bajo presión aumentada.

A continuación, la invención se explica en detalle mediante el dibujo.

El dibujo muestra:

Figura 1: una representación esquemática de una forma de ejecución preferente de un dispositivo de acuerdo con la invención.

El dispositivo según la figura 1 es adecuado para ejecutar el método de acuerdo con la invención. Dicho dispositivo comprende un reactor 1 para convertir azufre e hidrógeno, un refrigerante 40 conectado al reactor 1 para enfriar un flujo de gas crudo que contiene H₂S, conducido desde el reactor 1, a una temperatura de 114 a 165 °C, y un recipiente 42 que contiene carbono activo 41, conectado al refrigerante 40, con un fondo 43 para recolectar azufre que se produce en el recipiente 42 a una temperatura de 114 a 165°C, desde el flujo de gas crudo que contiene polisulfanos. Una línea 44 está conectada al fondo 43 del recipiente 42, la cual desemboca en el refrigerante 40, para reconducir azufre (mediante el refrigerante 40) hacia el reactor 1.

El reactor 1 está cerrado en ambos lados de un cuerpo cilíndrico 2, con campanas 3, 4. En la campana superior 3 puede extraerse un producto. En la campana inferior 4 se encuentra una conexión de descarga 5 para descargar eventualmente por completo el contenido del reactor 1. En una sección superior del reactor 1 se proporciona una base 6 que separa una parte superior con un área de productos 7 de una parte inferior 8. La base 6 está conectada a una cubierta del reactor 25 del reactor 1. La parte inferior 8 está llena parcialmente con una masa fundida de azufre 9 que se encuentra en contacto con un área de ductos 10 mediante un límite de fase, la cual se encuentra delimitada hacia arriba por la base 6. El área de ductos 10 contiene principalmente hidrógeno gaseoso y azufre.

El hidrógeno es conducido mediante un dispositivo de suministro 11 hacia una sección inferior del reactor 1, por ejemplo en la campana inferior 4, hacia la masa fundida de azufre. El dispositivo de suministro 11 comprende una línea 12 que se extiende de forma oblicua, la cual desemboca lateralmente en un tubo 13 abierto hacia arriba y hacia abajo, dispuesto de forma vertical en el reactor 1. El extremo superior del tubo 13 sobresale hacia dentro de un espacio 14 que está delimitado por un dispositivo distribuidor 15. El dispositivo distribuidor 15 comprende una placa del distribuidor 16 dispuesta horizontalmente en el reactor 1 y un borde 17 que se extiende hacia abajo, el cual preferentemente presenta un área del borde 18 realizada en forma de punta. El hidrógeno introducido mediante el dispositivo de suministro 11 asciende en el tubo vertical 13, hacia arriba, acumulándose por debajo de la placa del distribuidor 16, formando una burbuja de hidrógeno. A través de aberturas de paso 19 en la placa del distribuidor 16, el hidrógeno se dispersa en la masa fundida de azufre 9 que se encuentra encima, ascendiendo dentro de la masa

fundida de azufre 9 en forma de burbujas de gas, hacia arriba, donde azufre queda atrapado desde la masa fundida de azufre 9. Debido a ello, por encima de la masa fundida de azufre 9, en el área de eductos 10, se forma una mezcla de eductos que contiene hidrógeno gaseoso y azufre.

5 Si las aberturas de paso 19 en la placa del distribuidor 16 se encuentran bloqueadas para el pasaje de hidrógeno, entonces el hidrógeno, también desde la burbuja de hidrógeno acumulada por debajo de la placa del distribuidor 16, mediante el área del borde 18, puede dispersarse hacia una abertura 20 entre la cubierta del reactor 25 y el borde 17 del dispositivo distribuidor 15, hacia la masa fundida de azufre 9.

10 En el cuerpo cilíndrico del reactor 1 están dispuestos tubos 21 que están diseñados en forma de U. Los tubos 21 en forma de U están unidos a la base 6 en sus dos lados 26, 27. La unión de los lados 26, 27 con la base 6 puede producirse a través de una costura de soldadura. Los tubos 21 en forma de U se sumergen parcialmente en la masa fundida de azufre 9, debido a lo cual se brinda la posibilidad de un intercambio de calor directo entre el espacio interno de los tubos 21 y la masa fundida de azufre 9, mediante la superficie lateral externa 28 de los tubos 21. Dentro de cada tubo 21 en forma de U se encuentra dispuesto un lecho sólido del catalizador 22, el cual se proporciona en los dos lados 26, 27 de los tubos 21 en forma de U.

15 Tal como se muestra en la figura 1, el dispositivo distribuidor 15 está conectado a los tubos 21 en forma de U, donde una parte y en particular el paso desde un lado 26 hacia un segundo lado 27 de los respectivos tubos 21 en forma de U se extiende por debajo de la placa del distribuidor 16, a través del espacio 14. Puesto que esa sección de los tubos 21 en forma de U sobresale en la burbuja de hidrógeno acumulado y no se encuentra en contacto directo con la masa fundida de azufre 9, esa sección no contiene un catalizador. Entre el dispositivo distribuidor 15 y la cubierta del reactor 25 está posicionada la abertura 20. El dispositivo distribuidor 15 no está conectado directamente a la cubierta del reactor 25.

25 En el reactor 1, la síntesis de sulfuro de hidrógeno se desarrolla del siguiente modo. Una mezcla de eductos sale desde el área de eductos 10 a través de una o de varias aberturas de entrada 23 dispuestas en la circunferencia de un lado 26 de cada uno de los tubos 21 en forma de U, hacia el espacio interno de un lado 26 del tubo 21 en forma de U, atraviesa el lecho del catalizador 22 contenido en el mismo, el cual puede estar complementado por un lecho inerte situado aguas arriba y, a lo largo de la vía de flujo, es convertido en gran medida formando sulfuro de hidrógeno en el área de reacción contenida en el lecho sólido del catalizador 22. El producto, en el segundo lado 27, sale hacia el área de productos 7 mediante al menos una abertura de paso 24 y puede ser recolectado y conducido desde allí mediante la campana 3. A través del contacto directo de los tubos 21 en forma de U con la masa fundida de azufre 9, el calor de reacción que se libera durante la conversión para formar H_2S se disipa desde el lecho sólido del catalizador 22 hacia la masa fundida de azufre 9 mediante la superficie lateral externa 28 de los tubos en forma de U, a lo largo del área de reacción, y es utilizado para una evaporación del azufre.

35 Para mantener la masa fundida de azufre 9 aproximadamente al mismo nivel durante el procedimiento, hidrógeno gaseoso y azufre líquido se suministran en cantidades correspondientes al reactor de forma continua, mediante el dispositivo de suministro 11 y una línea de entrada de azufre 29.

40 Entre el reactor 1 y el refrigerante 40 se encuentra dispuesta una primera línea 30 que sirve para conducir el flujo de gas crudo desde el reactor 1 hacia el refrigerante 40 y para reconducir azufre en la dirección opuesta, desde el refrigerante 40 hacia el reactor 1. Desde la primera línea 30, el azufre líquido alcanza una construcción de recolección y derivación 45 dispuesta en una parte superior del reactor 1. Dicha construcción de recolección y derivación 45 comprende una base de recolección 31, en donde se encuentran dispuestas conexiones de entrada 34 para conducir el producto desde el área de productos 7 que se encuentra por debajo de la base de recolección 31, hacia el área de productos 7 que se encuentra encima, y un borde 35. El azufre líquido separado es recolectado sobre una base de recolección 31 que está dispuesta de forma horizontal en el área de productos 7 del reactor 1, y es reconducido hacia la masa fundida de azufre 9 contenida en la parte inferior del reactor 8, mediante un tubo de retorno 32 sumergido en la masa fundida de azufre 9. Preferentemente, el reactor 1 se encuentra aislado, de manera que el consumo de energía es lo más reducido posible.

50 En el refrigerante 40, el flujo de gas crudo que contiene H_2S , proveniente del reactor 1, de aproximadamente 350 °C es enfriado hasta alcanzar de 114 a 165 °C. De este modo, se condensa el azufre excedente que es reconducido hacia el reactor 1 a través de la primera línea 30. En el refrigerante 40 se encuentran presentes condiciones en las cuales pueden formarse polisulfanos (H_2S_x). Desde el refrigerante 40, un flujo de gas crudo que contiene H_2S , el cual contiene polisulfanos, es conducido a través de la segunda línea 44, hacia el recipiente 42 que contiene carbono activo 41. La segunda línea 44 dispuesta entre el recipiente 42 que contiene el carbono activo 41 y el refrigerante 40 sirve tanto para conducir el flujo de gas crudo enfriado hacia una dirección, desde el refrigerante 40 hacia el recipiente 42, como también para reconducir azufre en la dirección opuesta, desde el fondo 43 del recipiente 42 hacia el refrigerante 40.

El flujo que contiene H_2S , purificado mediante el carbono activo 41, es derivado desde el recipiente 42 mediante una línea adicional 33.

En una forma de ejecución alternativa preferente, como material catalíticamente activo se utiliza un tamiz molecular en lugar del carbono activo 41.

Lista de referencias

1 reactor	40 refrigerante
2 cuerpo del reactor	41 carbono activo
3 campana superior	42 recipiente
4 campana inferior	43 fondo
5 conexión de descarga	44 segunda línea
6 base	43 construcción de recolección y de derivación
7 área de productos	
8 parte inferior del reactor	
9 masa fundida de azufre	
10 área de eductos	
11 dispositivo de suministro de hidrógeno	
12 línea	
13 tubo dispuesto de forma vertical	
14 espacio	
15 dispositivo distribuidor	
16 placa del distribuidor	
17 borde	
18 área del borde	
19 aberturas de paso	
20 abertura	
21 tubos	
22 lecho sólido del catalizador	
23 abertura de entrada	
24 abertura de salida	
25 cubierta del reactor	
26 primer lado	
27 segundo lado	

28 superficie lateral externa

29 conducto de entrada de azufre

30 primera línea

31 base de recolección

32 tubo de retorno

33 línea

34 conexiones de entrada

35 borde

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para la producción continua de sulfuro de hidrógeno H_2S , donde en un flujo de gas crudo que contiene H_2S que se presenta durante la producción se encuentran contenidos polisulfanos (H_2S_x), caracterizado porque el flujo de gas crudo es conducido a temperaturas de 114 a 165° a través de material catalíticamente activo (41) que se encuentra contenido en un recipiente (42), y el azufre que se acumula en el fondo (43) del recipiente (42) es recolectado y es reconducido para producir H_2S , donde entre un refrigerante (40) y el reactor (1) se encuentra dispuesta una línea (30), a través de la cual el flujo de gas crudo es conducido en una dirección desde el reactor (1) hacia el refrigerante (40) y es conducido en una dirección opuesta, desde el refrigerante (40) hacia el reactor (1), a través del azufre reconducido.
- 10 2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el flujo de gas crudo es introducido en el recipiente (42) con una temperatura de entrada de 123 a 165°C, es conducido a través de material catalíticamente activo en forma de carbono activo (41) y es conducido hacia fuera del recipiente (42) con una temperatura de salida de 121 a 160°C.
- 15 3. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el flujo de gas crudo es introducido en el recipiente (42) con una temperatura de entrada de 123 a 165°C, es conducido a través de material catalíticamente activo en forma de un tamiz molecular y es conducido hacia fuera del recipiente (42) con una temperatura de salida de 121 a 160°C.
4. Método según una de las reivindicaciones 1 a 3, el cual comprende los pasos
- reacción de azufre gaseoso e hidrógeno en un catalizador (22), en un reactor (1), con un exceso de azufre, para obtener un flujo de gas crudo que contiene H_2S ,
 - enfriamiento del flujo de gas crudo de 114 a 165 °C en un refrigerante (40) para separar el azufre excedente y
 - conducción del flujo de gas crudo desde el refrigerante (40) hacia el recipiente (42) que contiene el material catalíticamente activo (41).
- 20
5. Método según la reivindicación 4, caracterizado porque el azufre que se encuentra presente en el refrigerante (40) es reconducido hacia el reactor (1) para producir H_2S .
- 25 6. Método según la reivindicación 4 ó 5, caracterizado porque el azufre recolectado en el fondo (43) del recipiente (42) que contiene el material catalíticamente activo (41) es reconducido hacia el reactor (1) mediante el refrigerante (40).
- 30 7. Método según la reivindicación 6, caracterizado porque entre el refrigerante (40) y el recipiente (42) que contiene el material catalíticamente activo (41) se proporciona una línea (44), a través de la cual el flujo de gas crudo es conducido en una dirección desde el refrigerante (40) hacia el recipiente (42) y, a través del azufre recolectado en el fondo (43) del recipiente (42), es conducido en una dirección opuesta, desde el recipiente (42) hacia el refrigerante (40).
- 35 8. Dispositivo para la producción continua de sulfuro de hidrógeno H_2S , el cual comprende un reactor (1) para hacer reaccionar azufre e hidrógeno, un refrigerante (40) conectado al reactor (1) para enfriar de 114 a 165°C un flujo de gas crudo que contiene H_2S , proveniente del reactor (1), un recipiente (42) que contiene material catalíticamente activo (41), conectado con el refrigerante (40), con un fondo (43) para recolectar azufre obtenido desde el flujo de gas crudo que comprende polisulfanos (H_2S_x) en el recipiente (42) de 114 a 165°C, y una línea (44) conectada al fondo (43) del recipiente (42), la cual desemboca en el refrigerante (40) o en el reactor (1), para reconducir azufre, caracterizado porque entre el reactor (1) y el refrigerante (40) se encuentra dispuesta una primera línea (30) para conducir el flujo de gas crudo en una dirección desde el reactor (1) hacia el refrigerante (40) y para reconducir el azufre en una dirección opuesta, desde el refrigerante (40) hacia el reactor (1).
- 40
9. Dispositivo según la reivindicación 8, caracterizado porque entre el refrigerante (40) y el recipiente (42) que contiene el material catalíticamente activo (41) se proporciona una segunda línea (44) para conducir el flujo de gas crudo enfriado en una dirección desde el refrigerante (40) hacia el recipiente (42) y para reconducir azufre en una dirección opuesta, desde el fondo (43) del recipiente (42) hacia el refrigerante (40).
- 45

FIG.1

