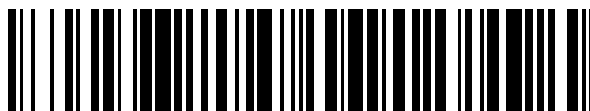


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 688 431**

51 Int. Cl.:

**C01B 17/80** (2006.01)

**C01B 17/88** (2006.01)

**B01D 53/50** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.05.2014 PCT/EP2014/059574**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.11.2015 WO15169395**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.05.2014 E 14724062 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.07.2018 EP 3140253**

54 Título: **Procedimiento e instalación para la producción de ácido sulfúrico**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**02.11.2018**

73 Titular/es:  
**OUTOTEC (FINLAND) OY (100.0%)  
Rauhalanpuisto 9  
02230 Espoo, FI**

72 Inventor/es:  
**DAUM, KARL-HEINZ;  
STORCH, HANNES y  
SCHALK, WOLFRAM**

74 Agente/Representante:  
**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 688 431 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento e instalación para la producción de ácido sulfúrico

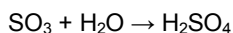
La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de ácido sulfúrico u óleum, así como a instalaciones para llevar a cabo estos procedimientos.

5 El ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) puro es un líquido incoloro, translúcido, corrosivo e higroscópico, con consistencia similar al aceite. Es uno de los productos químicos básicos más importantes y se utiliza en diversos sectores técnicos, entre ellos en la producción de fertilizantes, para producir otros ácidos minerales, como agente oxidante y como agente disolvente de numerosos minerales. La concentración del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> líquido comercialmente disponible varía con el uso previsto; las concentraciones usuales se sitúan en el intervalo de 35% en peso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (ácido para baterías), 75%  
10 en peso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y 100% en peso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

El ácido sulfúrico fumante (óleum, H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) es una disolución de trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>) en ácido sulfúrico. Se utiliza, entre otras cosas, como intermedio para el transporte de ácido sulfúrico y de compuestos que contienen ácido sulfúrico, como agente reactivo en química orgánica y en la fabricación de explosivos. La concentración de SO<sub>3</sub> en el óleum comercialmente disponible varía con el uso previsto; las concentraciones usuales se sitúan en el  
15 intervalo de 25% en peso de SO<sub>3</sub>, 30-35% en peso de SO<sub>3</sub> y 65% en peso de SO<sub>3</sub>.

Se conocen diversos métodos para preparar ácido sulfúrico u óleum, tales como el procedimiento de cámara de plomo y el de vitriolo. Debido a diversos inconvenientes de los procedimientos, hoy en día el ácido sulfúrico o el óleum se producen casi exclusivamente por el procedimiento denominado "de contacto". Para el óleum, este procedimiento lo describe, por ejemplo, Douglas K. Louie, "Handbook of Sulfuric Acid Manufacturing", 2ª edición,  
20 DKL Engineering, Inc., Richmond Hill, Ontario, Canadá, 2008, página 19-7.

El procedimiento de contacto se caracteriza, entre otras cosas, por que se envía ácido sulfúrico líquido o óleum líquido de una determinada concentración a un absorbedor, donde se produce el contacto con un gas que contiene SO<sub>3</sub> y se origina un aumento en la concentración de dicho ácido sulfúrico u óleum. En el caso del ácido sulfúrico, se producirá una reacción exotérmica del SO<sub>3</sub> con el agua fijada por el ácido sulfúrico, conforme a la ecuación de  
25 reacción:



En el caso del óleum, se produce una reacción exotérmica del ácido sulfúrico con SO<sub>3</sub> conforme a la ecuación de reacción:



30 Típicamente, después de la absorción de SO<sub>3</sub> se toma el ácido concentrado/óleum concentrado y se diluye suficientemente de modo que se puede recircular hacia el absorbedor una parte del ácido/óleum mientras que la otra parte se extrae como producto final.

El SO<sub>3</sub> necesario se puede producir mediante la reacción de SO<sub>2</sub> sobre un catalizador de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, que normalmente se favorece con K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Se puede obtener SO<sub>2</sub> por combustión de azufre elemental en gas seco que contenga oxígeno,  
35 por ejemplo aire seco.

Para generar la cantidad de gas seco con contenido de oxígeno requerida para la combustión del azufre elemental, se pueden aprovechar las propiedades higroscópicas del ácido sulfúrico. No obstante, en principio se pueden utilizar otros ácidos líquidos higroscópicos, por ejemplo el ácido fosfórico. Se conduce el gas que contiene agua al interior de una torre de secado, en donde la humedad de dicho gas es absorbida por el ácido. Como consecuencia de esta  
40 absorción, disminuirá la concentración del ácido dentro de la torre de secado. Sin embargo, para garantizar un secado suficiente se debe mantener la concentración de ácido sulfúrico en una determinada concentración mínima.

Esto plantea el problema de que, en algunas aplicaciones, la concentración de ácido sulfúrico/óleum deseada en el producto final es distinta de la necesaria para la reacción en el absorbedor o para la eliminación de agua en la torre de secado, de modo que no es posible una dilución o concentración uniformes y una posterior división del producto  
45 formado en el absorbedor o en la torre de secado como se ha descrito más arriba. Por ejemplo, el ácido sulfúrico que se alimenta al absorbedor tiene una concentración de aproximadamente 98,5% en peso y el ácido sulfúrico retirado del absorbedor tiene típicamente una concentración de aproximadamente 99,4% en peso, mientras que la concentración deseada en el producto final se sitúa en algunos casos en torno a 99,1 - 99,2% en peso. Asimismo, puede que el ácido sulfúrico que se alimenta a la torre de secado tenga que tener una concentración mayor que  
50 aproximadamente 94% en peso, mientras que la concentración deseada en el producto final puede situarse en aproximadamente 93% en peso.

En la técnica anterior, este problema se ha resuelto hasta ahora, por ejemplo, utilizando un absorbedor separado o una torre de secado separada para preparar ácido sulfúrico/óleum de la concentración deseada. Esto es técnicamente complicado e implica costes adicionales en términos de energía y de uso de materiales.

5 El documento US 3.172.725 describe un procedimiento según el preámbulo de la reivindicación 1, y está dirigido a un procedimiento para producir ácido sulfúrico concentrado a partir de corrientes gaseosas que contienen de 1% a 7% de dióxido de azufre. En este caso, se limpia la corriente de gas, se enriquece y se convierte en SO<sub>3</sub>. La corriente de gas SO<sub>3</sub> entra en contacto con una fase líquida y el trióxido de azufre es absorbido desde la fase gaseosa hacia la solución líquida. Se pueden arrastrar alguna neblina o gotitas de ácido sulfúrico en la fase gaseosa, que pasa después por un baño separador de arrastre, por encima de un dique, y a través de una disolución menos concentrada de ácido que se mantiene típicamente a una concentración de ácido de aproximadamente 63%. Así tiene lugar una eliminación sustancialmente completa del trióxido de azufre de la fase gaseosa.

10 El documento EP 0 151 010 A2 proporciona un procedimiento para producir ácido sulfúrico concentrado a partir de una corriente gaseosa caliente que comprende agua y trióxido sulfúrico. Se aporta ácido sulfúrico a través de sistemas distribuidores. Se recoge el ácido en un colector dividido por una pared revestida de ladrillo antiácido, mediante la cual se separa una zona de recogida de una zona de absorción. De la zona de recogida parte un sistema de recirculación, mediante el cual también se pueden extraer porciones del ácido a través de una tubería. Además, se recirculan a los distribuidores porciones del ácido procedente de la zona de absorción.

15 El documento DE 1 667 692 A1 enseña un procedimiento para regenerar ácido sulfúrico agotado, utilizado en un proceso de alquilación. La alquilación tiene lugar en varias cámaras de un reactor. Se pone en contacto con vapor de agua el ácido contaminado durante la alquilación, para obtener un ácido diluido, del cual se pueden separar en un decantador diluyentes contenidos. Después de esto, se alimenta el ácido diluido purificado a dos zonas de evaporación para ajustar una concentración de 97,5% en peso antes de reciclarlo.

20 El documento DE 34 10 109 A enseña una columna de lavado para la desulfuración de gases, con dos zonas de lavado que tienen, cada una, una pluralidad de conjuntos espaciados de boquillas para lavar el gas con un líquido de lavado respectivo que contiene aditivos que fijan compuestos de azufre. En la parte inferior del lavador, el líquido descargado desde las boquillas y que contiene compuestos de azufre llega a un colector al cual se añade piedra caliza. Cada una de las zonas de lavado está dotada de un sistema de circulación separado para el líquido de lavado.

25 El objeto de la presente invención es proporcionar un método y un sistema que supere los inconvenientes de la técnica anterior que se han descrito en lo que antecede y, en particular, obtener una concentración uniforme de ácido con menores costes en términos de energía y de uso de materiales.

30 Este problema técnico se resuelve mediante un procedimiento y una instalación para producir ácido sulfúrico según las reivindicaciones 1 y 6, respectivamente.

De las reivindicaciones dependientes se desprenden realizaciones preferidas de la invención.

Al separar en dos secciones el colector de la purificación de gas, es posible retirar de una sección el producto ácido y utilizar como ácido circulante en la otra sección el ácido recogido. No se requiere un tanque de bombeo separado para el ácido circulante.

35 Preferiblemente, el ajuste de la concentración se realiza ya dentro del colector de la purificación de gas, evitando así un tanque de recogida separado.

Más preferiblemente, la concentración se ajusta con agua, por ejemplo agua desionizada. No obstante, también es posible utilizar ácido para ajustar la concentración, por ejemplo, un flujo cruzado de ácido procedente de una torre de secado.

40 En una opción preferida de la invención, se controla el nivel de líquido en las dos secciones del colector, de manera que no se produce mezcla entre los líquidos de ambas secciones.

Como alternativa, es posible tener un rebosamiento de líquido desde la segunda sección, siendo la concentración de ácido distinta en comparación con la concentración de ácido en la primera sección.

45 En una realización particularmente preferida, la segunda sección, de la cual se retira el ácido producto, está diseñada de manera que el volumen de líquido descendente que entra a la segunda sección es mayor que la cantidad de ácido producto retirado de la purificación de gas, de modo que siempre hay un rebosamiento hacia la primera sección, de la cual se toma el ácido circulante.

50 Se puede hacer pasar el gas a través de la purificación de gas tanto en flujo de corrientes paralelas como en flujo a contracorriente con relación al ácido descendente. Se prefiere la versión a contracorriente, ya que se obtiene un mayor gradiente de concentración a lo largo de la altura de la torre, lo que origina un ajuste más eficaz de la concentración de ácido con el gas.

Preferiblemente, el gas comprende SO<sub>3</sub>. Más preferiblemente, en el paso (ii) el gas que contiene SO<sub>3</sub> tiene una fracción en volumen de al menos 5 a 35% en peso de SO<sub>3</sub>. Otros componentes posibles son dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>), oxígeno (O<sub>2</sub>), nitrógeno (N<sub>2</sub>), dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) y algunos otros componentes menores.

En otra realización, el gas puede comprender dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>). Preferiblemente, se puede reciclar a la purificación de gas el gas de salida que contiene dióxido de azufre, procedente del proceso global para la producción de ácido líquido. De este modo se puede reducir la emisión global de dióxido de azufre.

5 El procedimiento de la invención se puede llevar a cabo principalmente con, y producir, ácido sulfúrico u óleum de cualquier concentración.

Para el ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), la segunda concentración de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se sitúa preferiblemente en al menos 93% en peso, más preferiblemente al menos 99% en peso. Se prefiere además que la concentración de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el paso (i) sea 98 - 99% en peso.

10 Para el óleum (H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub>), la segunda concentración de trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>) libre se sitúa preferiblemente en al menos 20% en peso, más preferiblemente al menos 40% en peso, mientras que la concentración máxima alcanzable de SO<sub>3</sub> libre depende tanto de la concentración de SO<sub>3</sub> en el gas del paso (ii) como de la temperatura del líquido o, más específicamente, de la presión parcial de SO<sub>3</sub> sobre el óleum, que depende de la temperatura.

15 Se prefiere además que la concentración de SO<sub>3</sub> libre en el paso (i) sea aproximadamente 1 - 2% en peso mayor que la concentración mínima preferida de SO<sub>3</sub>. Una concentración mínima típica se sitúa en 33 - 40% en peso, y se prefiere una concentración de 36% en peso.

En una realización preferida, la purificación de gas es un absorbedor, preferiblemente un absorbedor de una planta de ácido sulfúrico. El procedimiento para la producción de ácido sulfúrico con una determinada concentración mínima comprende los pasos de:

20 (i) alimentar a una torre de absorbedor ácido líquido con una concentración que es menor que la concentración mínima;

(ii) hacer pasar a través de la torre de absorbedor un gas que contiene trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>) de manera que el trióxido de azufre es absorbido al menos parcialmente en el ácido líquido para aumentar la concentración del ácido líquido hasta al menos la concentración mínima;

(iii) retirar el ácido del colector del absorbedor,

25 en donde el colector del absorbedor está dividido por una pared divisoria en una primera y una segunda sección, en donde se diluye el ácido líquido recogido en la primera sección hasta una concentración que es inferior a la concentración mínima y luego se recircula al menos parcialmente al paso (i), y en donde se retira al menos parcialmente como producto el ácido líquido de la segunda sección.

30 En otra realización preferida, la purificación de gas es una torre de secado, preferiblemente una torre de secado de una planta de ácido sulfúrico. Así pues, la presente invención también proporciona un procedimiento para la producción de ácido sulfúrico con una determinada concentración máxima dentro de una torre de secado, que comprende los pasos de:

(i) alimentar a un absorbedor ácido líquido con una concentración que es mayor que la concentración (máxima) del producto;

35 (ii) hacer pasar a través de una torre de secado gas que contiene agua, de manera que el agua es absorbida al menos parcialmente en el ácido líquido para reducir la concentración del ácido líquido hasta menos de la concentración máxima;

(iii) retirar el ácido líquido del colector de la torre de secado,

40 en donde el colector de la torre de secado está dividido por una pared divisoria en una primera y una segunda sección, en donde se concentra el ácido líquido recogido en la primera sección hasta una concentración que es superior a la concentración (máxima) del producto y luego se recircula al menos parcialmente al paso (i), y en donde se retira al menos parcialmente como producto el ácido líquido de la segunda sección.

En particular, la concentración del ácido líquido dentro de la torre de secado de ácido sulfúrico debe ajustarse a una concentración superior a 92% en peso, preferiblemente de 93 a 94% en peso.

45 La invención comprende además una instalación para la producción de ácido sulfúrico, que es adecuada para realizar el método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

50 La instalación comprende un purificador de gas en forma de un absorbedor de lecho empacado o una torre de secado de lecho empacado, con un sistema de aportación de ácido líquido, una entrada de gas y un colector de purificador de gas con una salida de ácido, en donde el colector del purificador de gas está dividido por una pared divisoria en una primera sección y una segunda sección, en donde están dispuestas salidas separadas para la primera y la segunda sección, respectivamente, y en donde la primera sección está conectada con el sistema de aportación de ácido.

Se proporciona una entrada para un líquido de ajuste en la primera sección, en donde se proporciona una lanza para introducir el líquido de ajuste en la primera sección. El ajuste de la concentración también se puede realizar después de haber retirado el ácido de la primera sección.

5 La pared divisoria dentro del purificador de gas está hecha preferiblemente de ladrillo o acero al carbono o acero inoxidable, con o sin revestimiento de ladrillo.

Si el nivel superior de la pared divisoria se encuentra por debajo del punto más bajo de la entrada de gas, se puede asegurar que el gas introducido en el purificador de gas no pase a través del ácido recogido en el colector del purificador de gas, con el fin de que no se produzca absorción adicional en esta sección. Además, se puede evitar la introducción de ácido en la entrada de gas y la corrosión de dicha entrada de gas.

10 Se prefiere que entre las secciones primera y segunda esté dispuesto un rebosadero, en particular desde la segunda sección a la primera sección.

Preferiblemente, está dispuesto un control de nivel en la primera sección y/o la segunda sección para evitar cualquier intercambio de ácido entre las secciones. Lo más preferido es un control de la a la segunda sección.

15 En una realización preferida particular, el purificador de gas es un absorbedor de lecho empaquetado, en donde se introduce el ácido líquido a través de un sistema de irrigación y percuela a través de un lecho empaquetado. El lecho empaquetado aumenta la superficie del ácido y, por lo tanto, favorece la absorción.

En otra realización preferida, el purificador de gas es una torre de secado de lecho empaquetado.

20 La invención también comprende una instalación para la producción de ácido sulfúrico que comprende una torre de secado y/o un absorbedor con un sistema de aportación de ácido líquido, una entrada de gas para un gas y un colector con una salida de ácido, en donde el colector está dividido por un pared divisoria en una primera sección y una segunda sección, en donde están dispuestas salidas separadas para la primera y la segunda sección, respectivamente, y en donde la primera sección está conectada con el sistema de aportación de ácido.

25 Los procedimientos de la invención y las instalaciones de la invención pueden conseguir la producción de ácido sulfúrico u óleum de una determinada concentración mínima y/o máxima de una manera eficaz en cuanto a energía y recursos. La separación del colector del absorbedor y/o del colector de la torre de secado permite producir distintas concentraciones de fracciones de ácido sulfúrico o de óleum en una única instalación.

A partir de la siguiente descripción de realizaciones preferidas y de los dibujos también resultarán evidentes otras realizaciones, ventajas y aplicaciones de la invención.

En los dibujos:

30 la Figura 1 muestra esquemáticamente un absorbedor adecuado para realizar el método de la invención para la producción de óleum con una determinada concentración máxima;

la Figura 2 muestra la sección inferior de un absorbedor o de una torre de secado empleados en el procedimiento e instalación de la invención;

la Figura 3 es una sección transversal esquemática por la línea A-A de la Figura 2;

35 la Figura 4 muestra esquemáticamente el método de la invención para la producción de ácido sulfúrico en un absorbedor;

la Figura 5 muestra esquemáticamente el método de la invención para la producción de óleum en un absorbedor;

40 la Figura 6 muestra esquemáticamente el método de la invención para la producción de ácido sulfúrico con una determinada concentración mínima en una torre de secado.

Primeramente se ilustra la invención, a modo de ejemplo, haciendo referencia a las Figuras 1 a 3.

45 En la Figura 1 se representa un absorbedor 1 como una torre de absorción de lecho empaquetado que comprende un lecho empaquetado 2 situado encima de un colector 3 del absorbedor. Por encima del lecho empaquetado 2 está dispuesto un sistema 4 de aportación de ácido en forma de un sistema de irrigación conocido en la técnica, para introducir ácido sulfúrico, en particular ácido sulfúrico u óleum, que luego percuela a través del lecho empaquetado 2 y se recoge en el colector 3 del absorbedor. Por debajo del lecho empaquetado 2 está dispuesta una entrada 5 de gas, para introducir un gas que contiene trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>) y posiblemente contiene dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>), que luego fluye hacia arriba en flujo a contracorriente a través del lecho empaquetado 2. Por el contacto con el ácido sulfúrico descendente se absorbe trióxido de azufre en el ácido, aumentando con ello la concentración de ácido.

50 En el caso de la producción de óleum, el trióxido de azufre no absorbido puede ser reciclado a la entrada 5 de gas a

través de la tubería 6 de reciclaje. Como alternativa, el gas que contiene trióxido de azufre y posiblemente dióxido de azufre puede ser derivado, a través de la tubería 6, hacia a la salida 7 de gas, y mediante la válvula 8 de gas se puede ajustar la cantidad de gas derivado.

Una pared divisoria 9 divide el colector 3 del absorbedor en una primera sección 3a y una segunda sección 3b.

5 Se introduce un medio diluyente, en particular agua o ácido para dilución, en la primera sección 3a a través de la tubería 10 para reducir a un valor deseado la concentración de ácido en dicha sección 3a. Mediante la válvula 11 se puede ajustar la cantidad de medio diluyente. En caso de que el medio diluyente sea ácido sulfúrico, se puede tomar el ácido para dilución de una torre de secado (no mostrada) e introducirlo en el absorbedor 1 a través de las tuberías 12 y 10. Se retira el ácido líquido de la primera sección 3a a través de la boquilla 13 de salida (Figura 2) y las tuberías 14, 15 mediante las bombas 16, 17, y luego se recicla al sistema 4 de aportación de ácido a través de la tubería 18 de reciclaje. Se puede ajustar la temperatura del ácido mediante intercambiadores de calor (enfriadores) 19, 20 antes de ser reciclado hacia el absorbedor 1.

15 Obviamente, es posible emplear solo una boquilla 13 de salida, tubería 14, bomba 16 e intercambiador 19 de calor, respectivamente. La dilución también se puede efectuar fuera del colector 3 del absorbedor después de retirar el ácido de la primera sección 3a.

20 De la segunda sección 3b del colector 3 del absorbedor se retira el ácido/óleum como ácido/óleum producto a través de una boquilla 21 de salida (Figura 2) y la tubería 22, por medio de la bomba 23 y el intercambiador 24 de calor (enfriador), y luego se retira a través de la tubería 25 y/o se recicla parcialmente hacia la segunda sección 3b a través de la tubería 26. La cantidad de ácido/óleum reciclado puede controlarse a través de la válvula 27, controlándose mediante las válvulas 28 la cantidad de ácido/óleum producto extraído del proceso. La concentración del ácido/óleum producto se adapta al valor deseado mediante la introducción de un medio diluyente tal como agua o ácido de dilución, lo que se muestra en las Figuras 4 y 5, en donde se introduce respectivamente agua (Figura 4) o ácido (Figura 5) en el tanque 29.

25 La Figura 2 muestra la parte inferior del absorbedor 1 con el lecho empaquetado 2 (parcialmente) y el colector 3 del absorbedor. Como puede verse en la Figura 2, la pared divisoria 9 está hecha de ladrillo, pero también puede estar hecha de otros materiales adecuados, tales como acero al carbono, acero inoxidable, etc.

30 En el caso de la configuración de flujo en contracorriente representada, la entrada 5 de gas para el gas que contiene  $\text{SO}_3$  está situada por debajo del lecho empaquetado 2 y su punto más bajo se encuentra a una distancia  $h$  predeterminada, preferiblemente 100-300 mm, por encima del nivel superior de la pared divisoria 9, a fin de garantizar que el gas que contiene  $\text{SO}_3$  no fluya a través del ácido producto de la segunda sección 3b.

35 En la primera sección 3a del colector 3 del absorbedor se introduce el medio diluyente, de preferencia a través de una lanza 30, directamente en el interior de la primera sección 3a. Se pueden prever otros medios para introducir el medio diluyente, tales como una boquilla por encima del nivel de ácido en la primera sección 3a. A través de la boquilla 13 se retira el ácido diluido para la primera sección 3a. El nivel de ácido en la primera sección 3a se controla en nivel para asegurar que no entre ácido diluido en la segunda sección por la pared divisoria 9.

40 El nivel de líquido en la segunda sección 3b está definido por la altura de la pared divisoria y la relación entre el ácido que percuela a la primera sección 3a desde el lecho empaquetado 2 y el flujo de ácido que se retira a través de la boquilla 21 de salida. Aunque se puede controlar en nivel el nivel de ácido en la segunda sección 3b de manera similar a la primera sección 3a, se prefiere que la segunda sección 3b (la sección de producto) esté diseñada de manera que la cantidad de líquido descendente sea mayor que el ritmo de producción, es decir, el flujo de retirada de ácido a través de la boquilla 21. Por lo tanto, siempre se produce un rebosamiento de ácido desde la segunda sección 3b hacia la primera sección 3a. El rebosamiento puede producirse por encima del nivel superior de la pared divisoria 9 o a través de un conducto de rebosamiento específico (no mostrado). El cálculo para el área mínima de la segunda sección 3b (sección de producto) se basa en:

45 ritmo de producción deseado ( $\text{m}^3/\text{h}$ ) dividido por la tasa de irrigación ( $\text{m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$ )

En la Figura 6 se muestra esquemáticamente la producción de ácido sulfúrico dentro de la torre 31 de secado según la invención. La torre 31 de secado es una torre de secado con lecho empaquetado que comprende un lecho empaquetado 32 situado encima de un colector 33 de torre de secado.

50 Encima del lecho empaquetado 32 está dispuesto un sistema de aportación de ácido (no mostrado), conocido en la técnica, para introducir ácido sulfúrico u óleum, que luego percuela a través del lecho empaquetado 32 y se recoge en el colector 33 de la torre de secado. Está dispuesta una entrada 34 de gas por debajo del lecho empaquetado 32 para introducir un gas que contiene agua, por ejemplo aire, y posiblemente contiene oxígeno y dióxido de azufre ( $\text{SO}_2$ ), que después fluye hacia arriba en flujo en contracorriente a través del lecho empaquetado 32 y se elimina a través de salida 35 de gas. El agua es absorbida por el contacto con el ácido sulfúrico que desciende, reduciendo así la concentración del ácido.

Una pared divisoria 9 divide el colector 33 de la torre de secado en una primera sección 33a y una segunda sección

33b. Mediante la introducción de ácido sulfúrico muy concentrado, a través de la tubería 36, se concentra el ácido diluido de la primera sección 33a. El ácido concentrado es reciclado, a través de la tubería 37, hacia la parte superior de la torre de secado. De la segunda sección 33b se retira ácido diluido a través de la tubería 38 y la bomba 39.

#### Ejemplo 1 (producción de ácido sulfúrico en el absorbedor)

5 Tal como se muestra en la Figura 4, por el conducto 12 se dirige desde el absorbedor 1 ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) líquido, a una temperatura de 70 a 90 °C, preferiblemente 80 °C, más ácido de flujo transversal procedente de la torre de secado, estando hecho el absorbedor 1 de acero inoxidable o de acero al carbono revestido de ladrillo. Aparte de tener la concentración y temperatura especificadas, el  $H_2SO_4$  líquido está virtualmente libre de compuestos contaminantes tales como dióxido de azufre ( $SO_2$ ) y óxidos nitrosos ( $NO_x$ ). El  $H_2SO_4$  líquido es inyectado en un volumen correspondiente a tasas de irrigación entre 10 y 40  $m^3/m^2$  h y escurre hacia abajo a través de un lecho empaquetado 2 constituido por monturas de cerámica hacia el colector 3 del absorbedor, y simultáneamente se hace pasar a su través un gas que contiene trióxido de azufre ( $SO_3$ ), en flujo en contracorriente, a través de la entrada de gas 5 del absorbedor 1. La entrada para el gas que contiene  $SO_3$  está situada por debajo del lecho empaquetado 2 y por encima del nivel superior de la pared divisoria 9. El gas que contiene  $SO_3$  entra al absorbedor a una temperatura de 160 a 240 °C, con una fracción en volumen de  $SO_3$  de 5 a 35% en peso. Debido a la reacción del  $SO_3$  con el agua contenida en el ácido sulfúrico, la concentración del ácido sulfúrico se incrementa hasta llegar a 99,4% en peso. El  $SO_3$  no absorbido sale del absorbedor 1 a través de la tubería 7 ubicada en la parte superior del absorbedor 1 y opcionalmente se puede reciclar. Típicamente, la fracción en volumen de  $SO_3$  se ha reducido a mucho menos del 1% en peso cuando sale del absorbedor 1.

20 En el colector 3 del absorbedor 1 se recoge el ácido sulfúrico con una concentración de 99,4% en peso y una temperatura de 90 a 140 °C. La pared divisoria 9, hecha de ladrillos resistentes al ácido, acero al carbono o acero inoxidable, divide el colector 3 en dos secciones 3a, 3b. Se controla el nivel de líquido en la primera sección 3a de modo que no se produzca rebosamiento de líquido desde la primera sección 3a a la segunda sección 3b. Se retira de la segunda sección 3b ácido sulfúrico no diluido, a través de la tubería 22 y una bomba 23, y se alimenta en primer lugar a un intercambiador 24 de calor, donde se enfría a una temperatura de 70 a 90 °C, y luego a un diluidor opcional 29. En el diluidor 29 se ajusta con agua la concentración del ácido sulfúrico hasta la concentración final deseada de 99,1% en peso, y se retira luego como producto final

30 Mediante la aportación de agua a través de la tubería 10 se diluye hasta una concentración de 98,5% en peso el ácido sulfúrico de la primera sección 3a del colector 3 del absorbedor, preferiblemente mientras se controla constantemente la concentración del ácido sulfúrico. A través de la tubería 14 se retira del absorbedor 1 el ácido sulfúrico diluido, y se recicla al menos parcialmente al sistema 4 de aportación de ácido del absorbedor 1 a través de la tubería 18.

#### Ejemplo 2 (producción de óleum)

35 Tal como se muestra en la Figura 5, se dirige en un bucle cerrado óleum ( $H_2S_2O_7$ ) líquido, con una concentración de  $SO_3$  libre de 34% en peso y una temperatura de 40 a 70 °C, preferiblemente 50 °C, hacia la parte superior de un absorbedor 1 hecho de acero al carbono o de acero inoxidable o de acero al carbono revestido de ladrillo. Se alimenta el óleum líquido a la parte alta de la torre, y este escurre hacia abajo a través de un lecho empaquetado 2 constituido por rellenos cerámicos, por ejemplo monturas Intalox, hacia el colector 3 del absorbedor, y simultáneamente se le pone en contacto, mediante flujo en contracorriente, con un gas que contiene trióxido de azufre ( $SO_3$ ) que es introducido en el absorbedor 1 a través de la entrada de gas 5. La entrada para el gas que contiene  $SO_3$  está situada por debajo del lecho empaquetado 2 y por encima del nivel superior de la pared divisoria 9. El gas que contiene  $SO_3$  entra en el absorbedor a una temperatura de 160 a 240 °C y con una fracción en volumen de 5 a 35% en peso. Debido a la reacción del  $SO_3$  con el ácido contenido en el óleum, la concentración de  $SO_3$  libre en el óleum se incrementa hasta llegar a 35,5% en peso. El  $SO_3$  no absorbido sale del absorbedor 1 a través de la tubería 7 ubicada en la parte superior del absorbedor 1, y opcionalmente puede reciclarse.

50 En el colector 3 del absorbedor 1 se recoge el óleum con una concentración de 35,5% en peso de  $SO_3$  libre y una temperatura elevada. La pared divisoria 9 divide el colector 3 en dos secciones 3a, 3b. Se controla el nivel de líquido en la primera sección 3a de modo que no se produzca rebosamiento de líquido desde la primera sección 3a a la segunda sección 3b. Se retira óleum no diluido de la segunda sección 3b, a través de la tubería 22 y una bomba 23, y se alimenta en primer lugar a un intercambiador 24 de calor y luego a un diluidor opcional 29. En el diluidor 29 se ajusta con ácido la concentración del óleum hasta la concentración final deseada de 35,1% en peso de  $SO_3$  libre, y se retira como producto final.

55 Mediante la aportación, a través de la tubería 10, de ácido sulfúrico que tiene una concentración de 98 a 99% en peso se diluye hasta una concentración de 34% en peso de  $SO_3$  libre el óleum de la primera sección 3a del colector 3 del absorbedor, preferiblemente mientras se controla y se vigila constantemente la concentración del ácido sulfúrico. A través de la tubería 14 se retira del absorbedor 1 el óleum diluido, y se recicla al menos parcialmente hacia la parte superior del absorbedor 1.

#### Ejemplo 3 (producción de ácido sulfúrico en la torre de secado)

5 Tal como se muestra en la Figura 6, se dirige desde la torre de secado 31, que está hecha de acero inoxidable o de acero al carbono revestido de ladrillo, ácido sulfúrico líquido ( $H_2SO_4$ ) con una concentración de 94% en peso y una temperatura de 70 a 90 °C, y se inyecta en un volumen correspondiente a tasas de irrigación entre 10 a 40  $m^3/m^2$  h, y este escurre hacia abajo a través de un lecho empaquetado 32 constituido por monturas de cerámica hacia el colector 33 de la torre de secado. Al mismo tiempo, se introduce en la torre 31 de secado aire, en calidad de gas que contiene agua, a través de la entrada 34 para gas. La entrada del gas se encuentra por debajo del lecho empaquetado 32 y por encima del nivel superior de la pared divisoria 9. El gas que contiene agua entra a la torre de secado a una temperatura de 5 a 40 °C. Debido a las propiedades higroscópicas del ácido sulfúrico, el agua contenida en el aire se absorbe en el ácido, y la concentración del ácido sulfúrico disminuye hasta el 93% en peso.

10 De la torre de secado 31 sale aire seco, con un contenido de agua inferior a 50  $mg(H_2O)/Nm^3$ , a través de la tubería 35 situada en la parte superior de la torre 31 de secado, y se puede utilizar para la combustión de azufre elemental. En una realización adicional, se recicla a la torre de secado el gas de salida del proceso global de producción de ácido sulfúrico, ya que este gas de salida contiene dióxido de azufre sin reaccionar.

15 En el colector 33 de la torre de secado 31 se recoge el ácido sulfúrico con una concentración de 93% en peso y una temperatura de 80 a 100 °C. La pared divisoria 9 hecha de ladrillos resistentes al ácido, de acero al carbono o de acero inoxidable, divide el colector 33 en dos secciones 33a, 33b. Se controla el nivel de líquido en la primera sección 33a de modo que no se produzca rebosamiento de líquido desde la primera sección 33a a la segunda sección 33b. Se retira ácido sulfúrico de la segunda sección 33b, a través de la tubería 38 y una bomba 39, y se lleva fuera producto final.

20 Se concentra hasta una concentración de 94% en peso el ácido sulfúrico de la primera sección 3a del colector 3 del absorbedor, mediante la aportación de ácido sulfúrico con una concentración de al menos 98% en peso a través de la tubería 36, preferiblemente mientras se controla constantemente la concentración de ácido sulfúrico. A través de la tubería 37 se elimina de la torre de secado 31 el ácido sulfúrico concentrado, y se recicla al menos parcialmente a la parte superior de la torre de secado 31.

25 **Lista de números de referencia:**

- 1       absorbedor
- 2       lecho empaquetado
- 3       colector del absorbedor
- 3a      primera sección
- 30 3b    segunda sección
- 4       sistema de aportación de ácido
- 5       entrada de gas (para gas que contiene  $SO_3$ )
- 6       tubería de reciclaje
- 7       salida de gas
- 35 8      válvula de gas
- 9       pared divisoria
- 10      tubería
- 11      válvula
- 12      tubería de flujo cruzado
- 40 13     boquilla de salida
- 14, 15 tubería de efluente ácido
- 16, 17 bomba
- 18      tubería de reciclaje
- 19, 20 intercambiador de calor
- 45 21     boquilla de salida
- 22      tubería



## ES 2 688 431 T3

	23	bomba
	24	intercambiador de calor
	25	tubería
	26	tubería
5	27, 28	válvulas
	29	diluidor
	30	lanza
	31	torre de secado
	32	lecho empaquetado de la torre de secado
10	33	colector de la torre de secado
	34	entrada de gas
	35	salida de gas
	36	tubería
	37	tubería de reciclaje
15	38	tubería
	39	bomba
	h	distancia desde el nivel superior de la pared divisoria 9 a la entrada 5 de gas

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para la producción de ácido sulfúrico, que comprende los pasos de:
  - (i) alimentar ácido líquido con una primera concentración a una purificación de gas en forma de un absorbedor de lecho empaquetado o una torre de secado de lecho empaquetado;
  - 5 (ii) hacer pasar un gas a través de la purificación de gas de manera que se alcanza una segunda concentración del ácido líquido;
  - (iii) retirar el ácido líquido del colector de la purificación de gas, en donde el colector de la purificación de gas está dividido por una pared divisoria en una primera y una segunda sección,
 caracterizado por que
  - 10 se ajusta la concentración del ácido líquido recogido en la primera sección a la primera concentración,
  - se alimenta de vuelta al menos parcialmente el ácido líquido con la primera concentración desde la primera sección al paso (i), y
  - se retira al menos parcialmente como producto el ácido líquido con la segunda concentración recogido en la segunda sección, y
  - 15 se ajusta con ácido o agua la concentración del ácido líquido en la primera sección.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que en el paso (ii) se conduce el gas a través de la purificación de gas en flujo en contracorriente o en flujo de corrientes paralelas con relación al ácido líquido.
3. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que se controlan en nivel la primera y/o la segunda sección.
- 20 4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el volumen de ácido descendente introducido en la segunda sección es mayor que la cantidad de producto retirado de la segunda sección.
5. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el ácido líquido es ácido sulfúrico u óleum y el gas comprende SO<sub>3</sub>.
- 25 6. Una instalación para la producción de ácido sulfúrico, en particular mediante un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende un purificador (1) de gas en forma de un absorbedor de lecho empaquetado o una torre de secado de lecho empaquetado que contiene un sistema (4) de aportación para ácido líquido, una entrada (5) de gas y un colector (3) de purificador de gas, en donde el colector (3) del purificador de gas está dividido por una pared divisoria (9) en una primera sección (3a) y una segunda sección (3b), están dispuestas salidas separadas (14, 22) para las secciones primera y segunda (3a, 3b), respectivamente, y la primera sección (3a) está conectada con el sistema (4) de aportación de ácido a través de una tubería (16) de reciclaje,
- 30 caracterizado por que en la primera sección (3a) está dispuesta una entrada para un líquido de ajuste.
7. La instalación según la reivindicación 6, caracterizada por que está dispuesta una lanza (30) para introducir en la primera sección (3a) el líquido de ajuste.
- 35 8. La instalación según cualquiera de las reivindicaciones 6 o 7, caracterizada por que la pared divisoria (9) está hecha de ladrillos o de acero al carbono o de acero inoxidable.
9. La instalación según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, caracterizada por que el nivel superior de la pared divisoria (9) está situado por debajo del punto más bajo de la entrada (5) de gas.
- 40 10. La instalación según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 9, caracterizada por que está dispuesto un rebosadero entre las secciones primera y segunda (3a, 3b).
11. La instalación según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 10, caracterizada por que está dispuesto un control de nivel en la sección primera y/o segunda (3a, 3b).

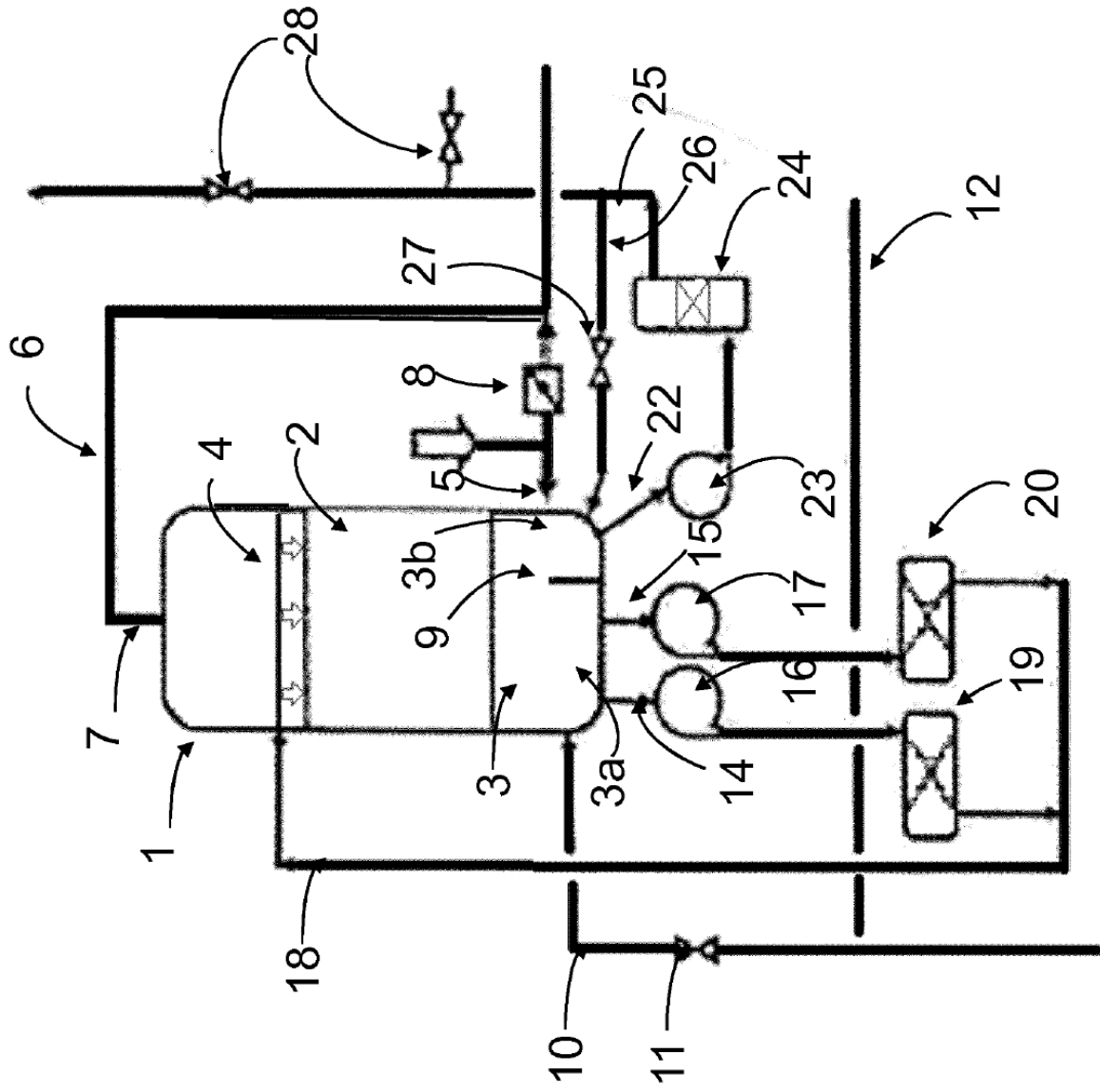


Fig. 1

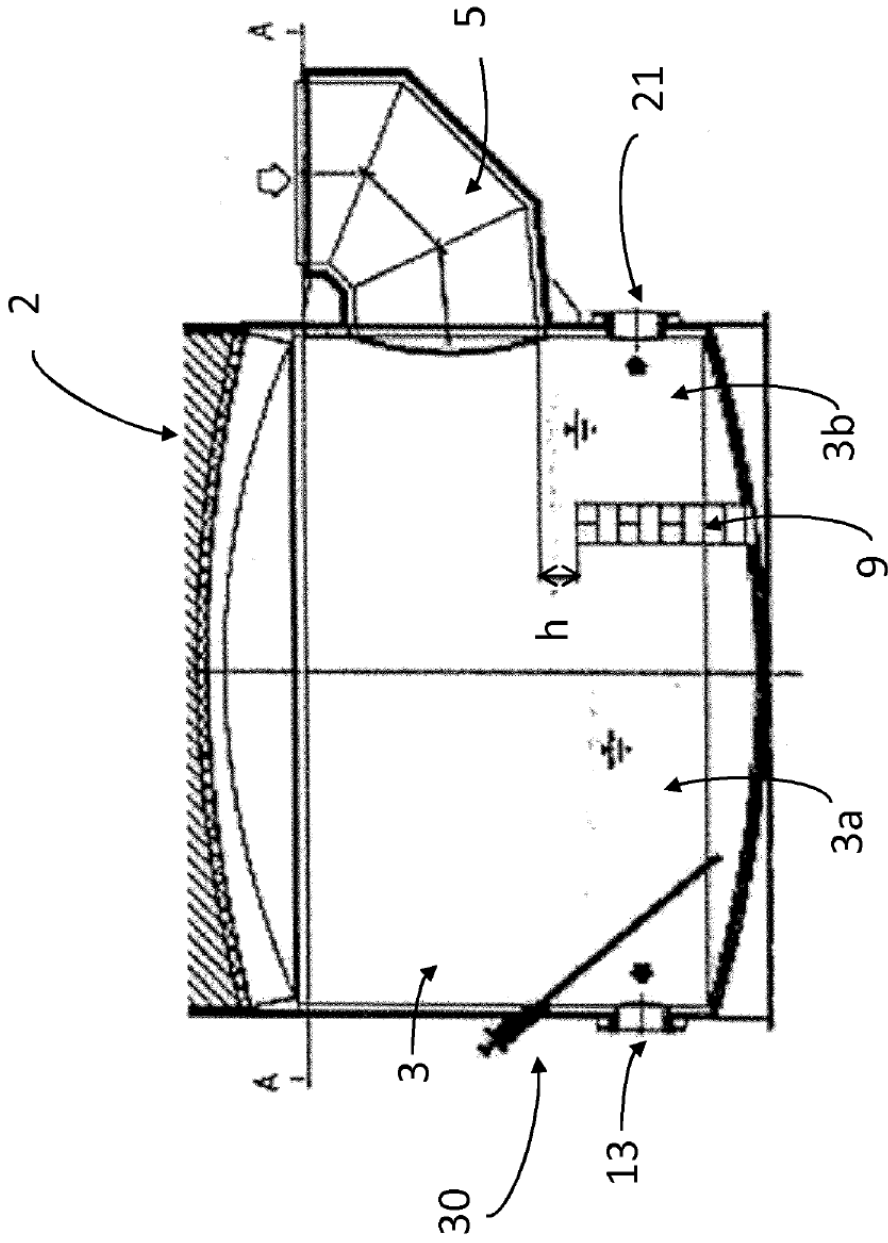


Fig. 2

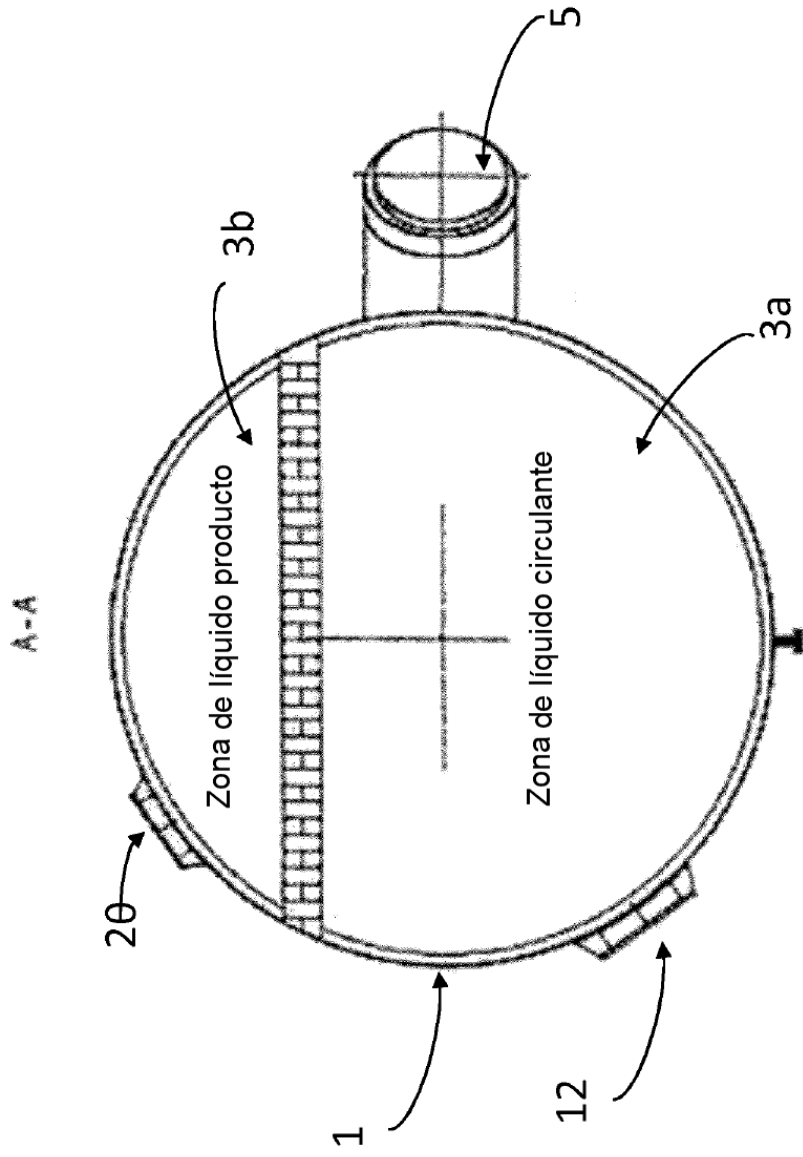


Fig. 3

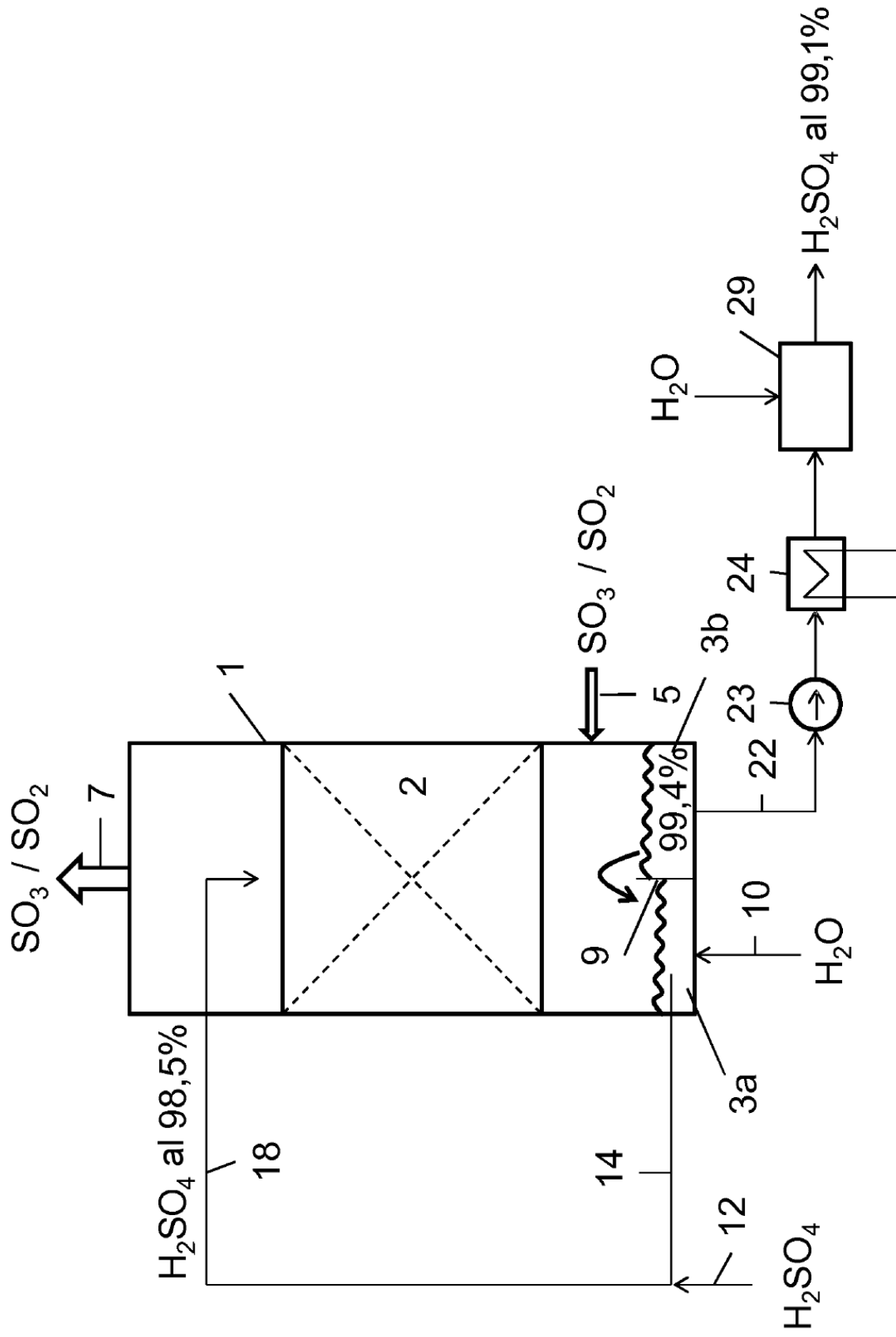


Fig. 4

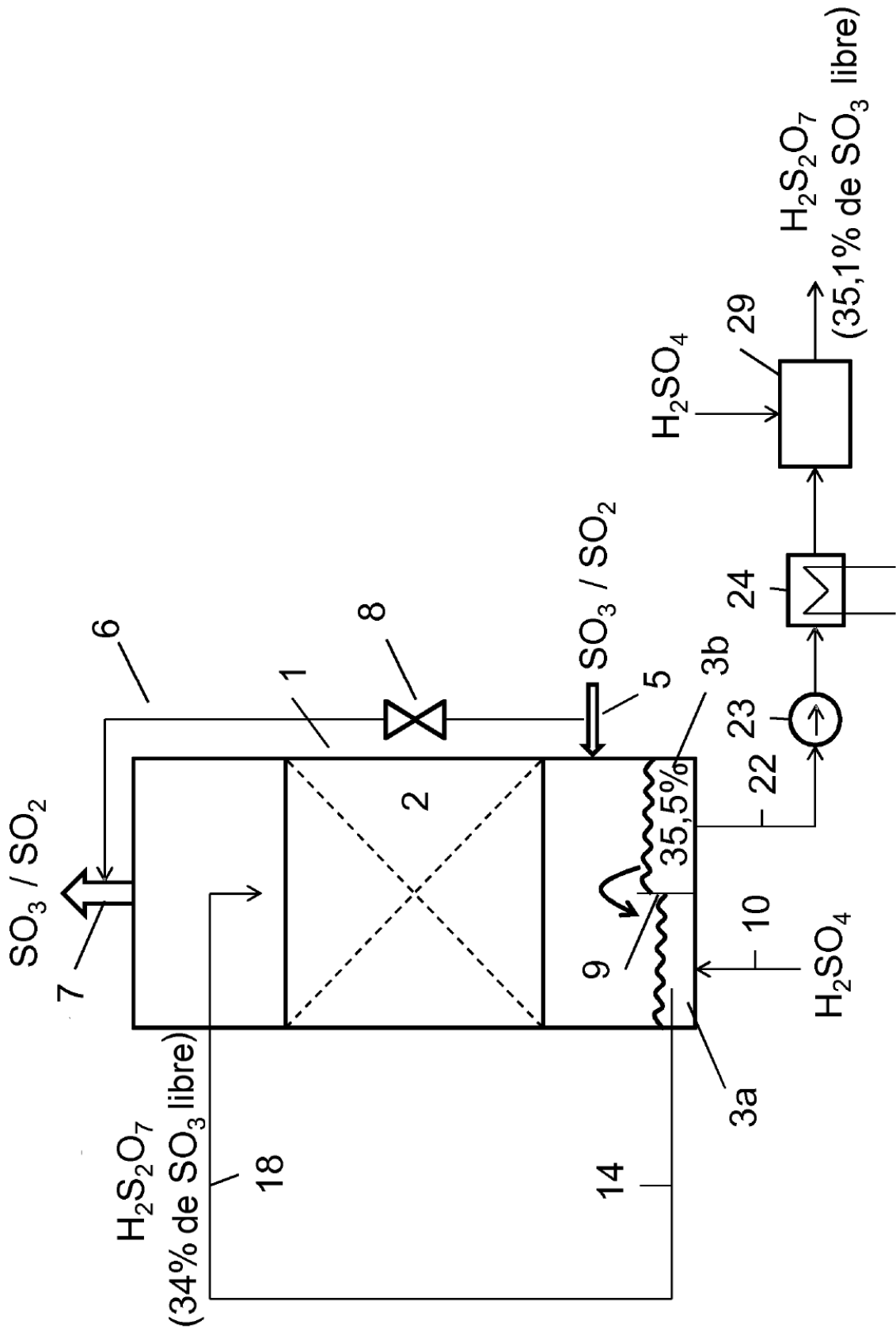


Fig. 5

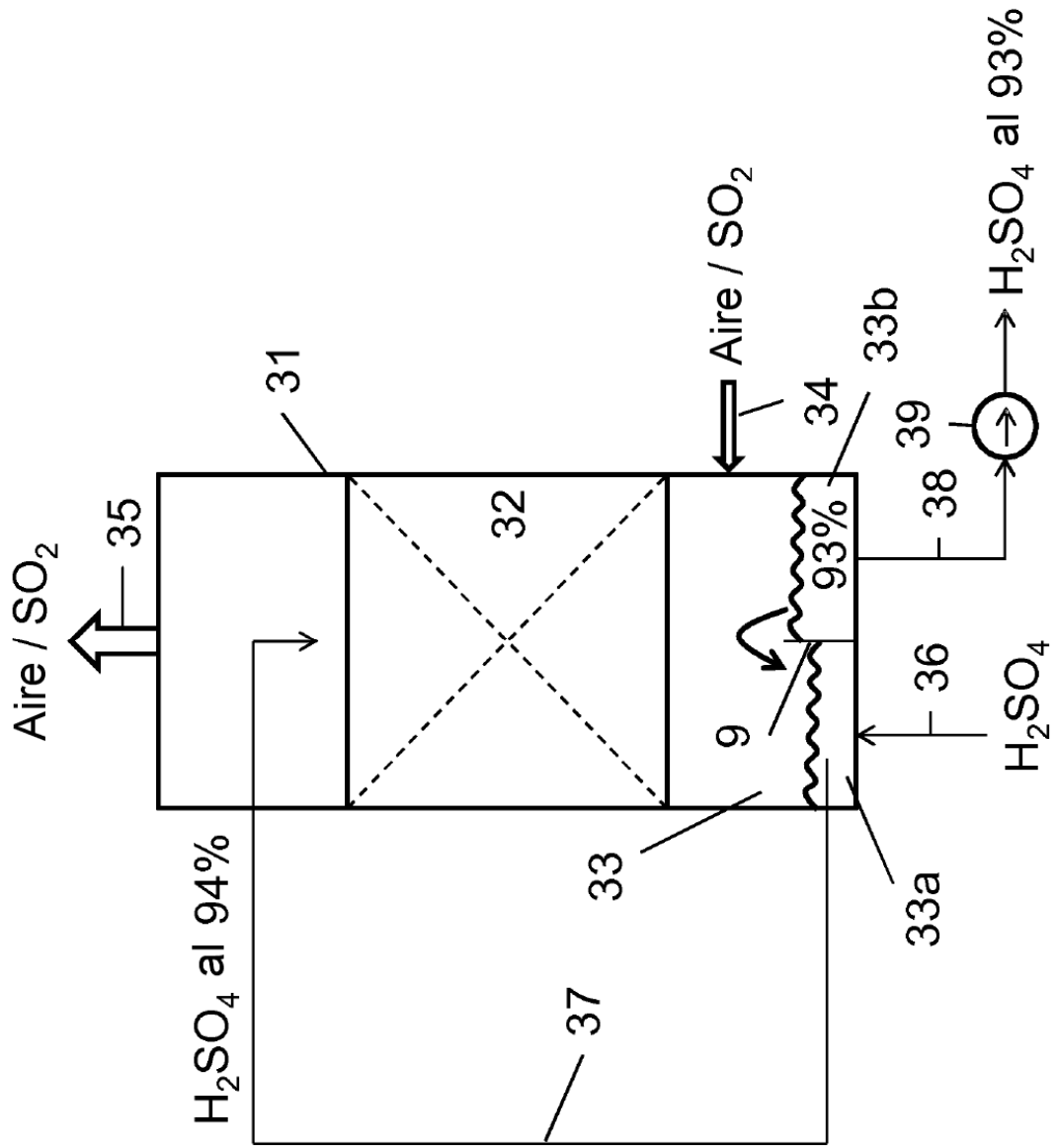


Fig. 6