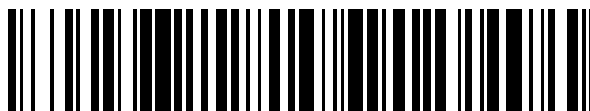


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 717 881**

51 Int. Cl.:

C01B 17/16 (2006.01)

B01J 8/06 (2006.01)

B01J 10/00 (2006.01)

B01J 19/00 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.05.2013 PCT/EP2013/061244**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.12.2013 WO13189719**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.05.2013 E 13727117 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.12.2018 EP 2864247**

54 Título: **Reactor y procedimiento para preparar sulfuro de hidrógeno**

30 Prioridad:

22.06.2012 EP 12173167

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

26.06.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**FINKELDEI, CASPAR HEINRICH;
CHEUNG, CHIU KEE;
MAASSEN, RALF;
WENNER, STEFAN y
KÖRFER, MARTIN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 717 881 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

Reactor y procedimiento para preparar sulfuro de hidrógeno

5 El presente invento se refiere a un reactor y a un procedimiento para la síntesis de sulfuro de hidrógeno a partir de azufre elemental e hidrógeno a una presión elevada y a una temperatura elevada. El invento se refiere además al uso del reactor para la preparación de sulfuro de hidrógeno en un alto rendimiento y con un bajo contenido de H₂S_x.

El sulfuro de hidrógeno es un compuesto intermedio importante industrialmente, por ejemplo para la síntesis de metilmercaptano, sulfuro de dimetilo, disulfuro de dimetilo, ácidos sulfónicos, dimetilsulfóxido, dimetilsulfona y para numerosas reacciones de sulfuración. Actualmente éste se obtiene predominantemente a partir de un aceite mineral y del tratamiento de gas natural, y por reacción de azufre e hidrógeno.

10 El sulfuro de hidrógeno se prepara a partir de los elementos típicamente por introducción de hidrógeno gaseoso en una masa fundida de azufre, convirtiendo el azufre a la fase gaseosa y convirtiéndolo allí en una reacción exotérmica con hidrógeno para dar sulfuro de hidrógeno (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry [Enciclopedia de Ullmann de Química Industrial], Sexta edición, 1998, Wiley-VCH).

15 Con el fin de conseguir una satisfactoria velocidad de reacción y un alto rendimiento de sulfuro de hidrógeno, la reacción ha de tener lugar a una temperatura elevada con relación a las condiciones normales. De acuerdo con el uso ulterior pretendido, puede ser necesario proporcionar el sulfuro de hidrógeno preparado a una presión de > 5 bares. En este caso, sería ventajoso realizar la síntesis de sulfuro de hidrógeno directamente a la presión requerida. Esto implica un aumento adicional de la temperatura con el fin de asegurar que suficiente cantidad de azufre sea convertida en la fase gaseosa. Sin embargo, el rendimiento de la síntesis de sulfuro de hidrógeno a una temperatura
20 de > 450°C tiene la desventaja de que el sulfuro de hidrógeno causa un daño por corrosión al material del reactor en estas condiciones. Correspondientemente existe una necesidad de una construcción de reactor que haga posibles altas velocidades de conversión y simultáneamente evite un daño, por lo menos a los elementos sustentadores de la presión del reactor.

25 Un enfoque para aumentar el rendimiento de sulfuro de hidrógeno consiste en aumentar el tiempo de permanencia del hidrógeno gaseoso en la masa fundida de azufre. Esto se hace, por ejemplo, en los documentos de patente de los EE.UU. US 2 876 070 y de solicitud de patente alemana DE 10 2008 040 544 A1 por uso de unos reactores que tienen unas regiones colectoras de gas en la forma de bandejas o cubetas intermedias dispuestas dentro de la masa fundida de azufre. Sin embargo, este tipo de construcción consigue una conversión de hidrógeno de sólo > 96%. Aumentando el número de regiones colectoras de gas se podría posiblemente aumentar la conversión, pero esto
30 tendría la desventaja de que se requeriría un mayor volumen del reactor.

El principio de aumentar el período de tiempo de permanencia del hidrógeno gaseoso en la masa fundida de azufre se consigue también en el documento DE 10 2008 040 544 A1 por medio de un reactor que tiene un lecho de empaquetaduras cerámicas aleatorias en la masa fundida de azufre. Este reactor consigue una conversión de
35 > 99%. Sin embargo, este diseño del reactor requiere un suministro constante de hidrógeno, puesto que, en el caso de un descenso o paro en el suministro de sulfuro de hidrógeno, el gas de reacción puede escapar completamente desde la región de lecho de empaquetaduras aleatorias, y el lecho de empaquetaduras aleatorias puede quedar lleno con azufre líquido. Dicho reactor se puede hacer funcionar por lo tanto solamente dentro de un intervalo muy estrecho de cargas.

40 Medios adicionales de mejorar la velocidad de reacción son el uso de catalizadores, por ejemplo, óxidos o sulfuros de cobalto, níquel o molibdeno. Este enfoque se describe, por ejemplo, en los documentos US 2 863 725 y EP 2 125 612 B1 en forma de reactores que tienen tubos llenos de catalizador que se sumergen en la masa fundida de azufre, y los reaccionantes gaseosos fluyen a través de ellos. Sin embargo, se encuentra que las desventajas de estos reactores son que se hacen funcionar a una presión de < 5 bares y que, como resultado del hecho de que la reacción de azufre e hidrógeno es predominantemente catalítica, se requiere una gran cantidad de catalizador.

45 Por lo tanto un objeto del presente invento es proporcionar un reactor para la preparación de sulfuro de hidrógeno a partir de azufre e hidrógeno, que asegure una alta conversión del hidrógeno de > 99% y una alta pureza del sulfuro de hidrógeno producido. El reactor debería también hacer posible la preparación de sulfuro de hidrógeno a una presión de > 5 bares, tener un diseño muy compacto y asegurar un intervalo muy amplio de cargas. Especialmente en un sistema de producción integrado, es ventajoso un intervalo de cargas muy amplio, con el fin de ser capaz de reaccionar flexiblemente a unas variaciones en la carga, en vez de tener que desechar unas cantidades en exceso
50 que no se requieren por el sistema integrado en ese momento, pero dan como resultado una falta de flexibilidad. Finalmente, el reactor, desde el punto de vista de los costos, del mantenimiento y de la seguridad, debería ser menos propenso a un daño por corrosión en las condiciones de funcionamiento pretendidas. Con respecto a la energía que se requiere para la provisión de la masa fundida de azufre y la disipación del calor de reacción, se desea adicionalmente un diseño de reactor particularmente eficiente. Por añadidura, la minimización de la cantidad
55 de catalizador requerido y la maximización de la vida en servicio del catalizador son deseables.

Para conseguir este objetivo, el presente invento proporciona un reactor de acuerdo con la reivindicación 1.

El reactor comprende un recipiente exterior, sustentador de la presión. El reactor tiene preferiblemente la forma de un cilindro vertical cerrado por una caperuza en cada uno de los dos extremos. Un reactor de acuerdo con el invento tiene un volumen de preferiblemente 0,5 a 200 m³. El reactor de acuerdo con el invento tiene también uno o más dispositivos de suministro que son apropiados para el suministro de azufre líquido.

5

Los dispositivos de suministro para la introducción de hidrógeno están situados preferiblemente en el extremo inferior del reactor, de manera que los reaccionantes gaseosos circulan a través del reactor a lo largo del eje longitudinal del mismo. El hidrógeno introducido dentro de la masa fundida de azufre está saturado con azufre gaseoso y es acomodado por una o más de primeras cavernas. En el espacio gaseoso de las una o más primeras cavernas, el hidrógeno y el azufre se hacen reaccionar en una reacción exotérmica para dar sulfuro de hidrógeno, formando la mezcla de gases productos P₁ que comprende hidrógeno, azufre y sulfuro de hidrógeno. La o las cavernas están preferiblemente rodeadas por la masa fundida de azufre, de manera tal que el calor de reacción liberado en la o las cavernas es disipado dentro de la masa fundida de azufre.

10

En una realización alternativa, los dispositivos de suministro para la introducción de hidrógeno están diseñados de manera que el hidrógeno se puede introducir directamente en el espacio de gas de las una o más primeras cavernas sin ser previamente saturado con azufre. El reactor puede construirse de manera que tenga varios dispositivos de suministro, algunos de los cuales introducen hidrógeno en la masa fundida de azufre y otros introducen hidrógeno directamente en el espacio de gas de las una o más primeras cavernas. Este modo de construcción permite que se controle la concentración relativa de hidrógeno, es decir, la relación de los reaccionantes hidrógeno y azufre en las una o más primeras cavernas. Además, este modo de construcción puede aumentar la cantidad de hidrógeno y azufre que accede a las posibles segundas o mayores cavernas descritas más adelante.

15

20

Se entiende que una "caverna" en el contexto de este invento significa cualquier dispositivo estructural que puede acomodar y contener un volumen de gas. Una caverna puede adoptar la forma, por ejemplo, de un dispositivo instalado con forma de caperuza bajo el cual un volumen particular de gas se puede recoger y circular por encima de los bordes exteriores de la forma de caperuza, que está abierta en la dirección hacia abajo, hacia regiones de reactor más altas.

25

En una forma de realización ilustrativa adicional, una caverna puede ser formada por unos lechos de cuerpos huecos o empaquetaduras aleatorias en diferentes niveles. Por ejemplo, estos cuerpos huecos o estas empaquetaduras aleatorias pueden adoptar la forma de lechos o tamices o cajas de tamices. Unos/as apropiados/as cuerpos huecos o empaquetaduras aleatorias son, por ejemplo, unos cilindros huecos rectos o curvos, unas esferas huecas, unas esferas huecas deformadas, unos cuerpos en forma de campana, unos cuerpos en forma de silla de montar, unos cuerpos de forma de hélice u otros cuerpos tridimensionales con indentaciones y/o aberturas. Con el fin de hacer posible la penetración del gas dentro de las cavidades de los cuerpos huecos o de las empaquetaduras aleatorias, los cuerpos huecos y las empaquetaduras aleatorias tienen preferiblemente unos orificios en su pared exterior y/o se producen a base de un material poroso. Un lecho de los cuerpos huecos y de las empaquetaduras aleatorias de acuerdo con el invento tiene preferiblemente una porosidad útil (porosidad abierta) $\phi_{abierta}$ de más de 0,32, más preferiblemente de más de 0,40, de manera sumamente preferible de más de 0,6.

30

35

En una forma de realización preferida, una caverna consiste en una bandeja intermedia horizontal que tiene uno o más orificios a través de los cuales el gas puede circular hacia dentro de regiones más altas del reactor. A lo largo de los bordes de los orificios, la bandeja intermedia tiene unos diques que discurren verticalmente hacia abajo, los cuales retienen un cierto volumen de gas en la caverna. La Figura 3 muestra algunas formas de realización ilustrativas de cavernas que son utilizables de acuerdo con el invento.

40

El uso de cavernas en la forma de dispositivos instalados en forma de caperuza o en la forma de las bandejas intermedias horizontales descritas con anterioridad es generalmente preferible al uso de unas cavernas en la forma de lechos de cuerpos huecos o de empaquetaduras aleatorias. Una desventaja de los cuerpos huecos o de las empaquetaduras aleatorias puede residir en que pueden aparecer depósitos de productos secundarios de la reacción durante un período de tiempo de funcionamiento prolongado del reactor en condiciones particulares, los cuales podrían bloquear a los cuerpos huecos o a las empaquetaduras aleatorias. El uso de unas cavernas en la forma de unos dispositivos instalados en forma de caperuzas o en la forma de bandejas intermedias horizontales es apropiado para evitar esta potencial desventaja y puede contribuir, por lo tanto, a una prolongación de la vida en servicio útil del reactor. Por lo demás, este diseño de las cavernas facilita el período de tiempo de permanencia de los reaccionantes gaseosos en dichas cavernas, puesto que unos parámetros tales como la relación de altura a anchura del volumen de la caverna, por ejemplo, son más fáciles de calcular y de alterar.

45

50

Otra ventaja adicional del diseño de esta caverna reside en que el gas de reacción propiamente dicho, en el caso de un suministro reducido de hidrógeno, no escapa completamente desde las cavernas, y en que una reducción en el suministro de hidrógeno conduce a una prolongación del período de tiempo de permanencia. Esta prolongación del período de tiempo de permanencia es apropiada para compensar una disminución en la temperatura de reacción

55

debido a un más bajo suministro de hidrógeno y para hacer posible, por lo tanto, una conversión constantemente alta. Las cavernas en la forma de unos dispositivos instalados en forma de caperuza o en la forma de unas bandejas intermedias, por lo tanto, amplía considerablemente el intervalo de cargas aceptables del reactor.

5 El intervalo de cargas del reactor puede estar por lo tanto dentro de un intervalo de 0 a 4000 m³ (STP = a presión y temperatura normales) de (H₂)/(m³ (volumen de caverna)·h). El volumen de caverna se relaciona en cada caso con una caverna a través de la cual circula un gas.

La "primera caverna" en el contexto de este invento se refiere a una caverna si la mezcla de gases que se recoge en la caverna en cuestión no ha circulado ya con anterioridad a través de otras cavernas.

10 El reactor puede estar diseñado de modo que contenga al menos dos primeras cavernas no sustentadoras de la presión, comprendiendo cada una de las primeras cavernas al menos un dispositivo de suministro adecuado para el suministro controlado de hidrógeno gaseoso presurizado. Las primeras cavernas son adecuadas para el alojamiento, al menos temporal, de la mezcla de gases producto P₁ que forma. Esto permite, por ejemplo, una reducción de la producción de sulfuro de hidrógeno al cerrar el suministro de hidrógeno a una o más primeras cavernas. La reacción en la o las primeras cavernas puede continuar a una concentración de hidrógeno constante y, por lo tanto, bajo 15 condiciones de la reacción constantes. Alternativamente, con la cantidad total constante de hidrógeno introducida, la carga de hidrógeno puede ser distribuida entre varias cavernas o ser concentrada en cavernas individuales con el fin de influir en las condiciones de reacción en las primeras cavernas de una manera controlada.

20 En una realización preferida, el reactor comprende, además de la al menos una primera caverna, una o más segundas cavernas no sustentadoras de la presión, que está dispuestas por encima de la o las primeras cavernas y son adecuadas para el alojamiento, al menos temporal, de la mezcla de gases producto P₁ formada en la o las primeras cavernas y para la formación de sulfuro de hidrógeno adicional por reacción exotérmica de azufre e hidrógeno para formar una mezcla de gases producto P₂.

25 Una "segunda caverna" en el contexto de este invento se refiere a una caverna en la que por lo menos una porción de la mezcla de gases que es recogida en la caverna en cuestión ha circulado a través de por lo menos una primera caverna inmediatamente antes.

30 Una o más de las segundas cavernas pueden comprender por lo menos un dispositivo de suministro apropiado para un suministro controlado de hidrógeno gaseoso presurizado. De esta manera, el hidrógeno gaseoso puede ser introducido no solamente dentro de las primeras cavernas, sino también dentro de las segundas cavernas en cuestión, con el fin, por ejemplo, de aumentar la concentración de hidrógeno en P₂ y, por lo tanto, la velocidad de reacción en las segundas cavernas en cuestión. Los dispositivos de suministro pueden ser construidos - como en el caso de la primera caverna - de manera tal que el hidrógeno pueda ser introducido o bien dentro de la masa fundida de azufre por debajo de las segundas cavernas o directamente dentro del espacio de gas de las segundas cavernas.

35 En unas formas de realización particulares, el reactor puede comprender adicionalmente una o más terceras cavernas, y opcionalmente otras cavernas correspondientemente apropiadas, no sustentadoras de la presión, que están dispuestas por encima de la o las segundas cavernas.

Una "tercera (cuarta, quinta, etc.) caverna" en el contexto de este invento se refiere a una caverna en la que por lo menos una porción de la mezcla de gases que se recoge en la caverna en cuestión ha circulado a través de por lo menos una segunda (tercera, cuarta, etc.) caverna inmediatamente antes.

40 Con el fin de aumentar la conversión de hidrógeno en las cavernas segunda y de orden más alto, puede ser ventajoso prolongar el período de tiempo de permanencia de la mezcla gaseosa que contiene hidrógeno o reducir al mínimo la pérdida de calor de las cavernas en cuestión. Con esta finalidad, el reactor puede ser diseñado de manera tal que por lo menos una de las cavernas segunda o de orden más alto tenga un mayor volumen que cada una de las primeras cavernas, y/o de manera tal que al menos una de las cavernas segundas y de orden más alto tenga, por motivos constructivos, una más baja retirada de calor que cada una de las primeras cavernas. Esto se debe a 45 que se ha encontrado que, en el curso del funcionamiento del reactor, más de un 60 % del hidrógeno se puede convertir en la o las primeras cavernas. Las medidas mencionadas anteriormente pueden conseguir el efecto de que la conversión de hidrógeno suba a más de un 80 % o incluso a más de un 90 % con las segundas cavernas. La alta conversión de hidrógeno conseguida de esta manera en la región de las primeras y segundas cavernas evita particularmente el efecto de que la reacción se desarrolle en el espacio gaseoso por encima de la masa fundida de azufre, dando como resultado un sobrecalentamiento del espacio gaseoso por encima de la masa fundida de azufre. 50

La eliminación de calor más baja relacionada estructuralmente de una caverna se puede lograr, por ejemplo, utilizando un material con una conductividad térmica más baja. La caverna en cuestión puede estar hecha de este material, o al menos partes de su superficie pueden estar revestidas con este material. El revestimiento puede formar un espacio de gas, lo que además reducir adicionalmente la transferencia de calor. Alternativamente, también

se puede lograr una menor eliminación de calor de cavernas individuales utilizando un material con un mayor grosor del material.

Si se utiliza un espacio de gas como aislante, la caverna puede revestirse con aluminio o una aleación de aluminio con el fin de aumentar la resistencia a la corrosión del material de la caverna.

- 5 En una realización preferida adicional, se logra una menor eliminación de calor de las cavernas individuales mediante el uso de una geometría de la caverna que dificulta la eliminación de calor. Por ejemplo, la eliminación de calor puede reducirse en una proporción menor de la superficie de la caverna al volumen de la caverna.

10 En una realización preferida, las primeras cavernas tienen una relación de superficie a volumen de $1,5$ a 30 m^{-1} , preferiblemente de 3 a 9 m^{-1} , más preferiblemente de 4 a 6 m^{-1} , y/o una relación de altura a anchura de $0,02$ a 5 , preferiblemente de $0,05$ a 1 , más preferiblemente de $0,08$ a $0,12$ y/o una relación de longitud de dique a rendimiento de $0,1$ a $10\text{ m}^3\text{h}/t_{\text{H}_2\text{S}}$, preferiblemente de $0,2$ a $1,8\text{ m}^3\text{h}/t_{\text{H}_2\text{S}}$, más preferiblemente de $1,0$ a $1,2\text{ m}^3\text{h}/t_{\text{H}_2\text{S}}$. En una realización preferida adicional, al menos una de las segundas cavernas tiene una relación de superficie a volumen de $1,5$ a 30 m^{-1} , preferiblemente de $2,8$ a 9 m^{-1} , más preferiblemente de 3 a 5 m^{-1} y/o una relación de altura a anchura de $0,02$ a 5 , preferiblemente de $0,05$ a 2 , más preferiblemente de $0,1$ a 1 y/o una relación de longitud de dique a rendimiento de $0,1$ a $10\text{ m}^3\text{h}/t_{\text{H}_2\text{S}}$, preferiblemente de $0,15$ a $1,8\text{ m}^3\text{h}/t_{\text{H}_2\text{S}}$, más preferiblemente de $0,2$ a $1,1\text{ m}^3\text{h}/t_{\text{H}_2\text{S}}$.

20 Durante el funcionamiento del reactor, la mezcla de gases productos P_u se recoge por encima de la masa fundida de azufre y pasa desde allí a través de uno o más dispositivos no sustentadores de la presión instalados en la región colectora de gas del reactor. En una forma de realización preferida del reactor, la región colectora de gas está dispuesta por encima de la región más baja del reactor. En unas formas alternativas de realización, la región colectora de gas puede, por ejemplo, ser dispuesta también por debajo de la región más baja del reactor, dentro de la región más baja del reactor o a un lado de la región más baja del reactor.

25 El uno o más dispositivos instalados adoptan preferiblemente la forma de tubos en forma de U. El reactor puede comprender varios tubos idénticos o contruidos similarmente para la transferencia de la mezcla de gases productos. Los tubos en forma de U son dispuestos típicamente en posición horizontal dentro del reactor, apuntando cada uno de los dos extremos hacia arriba. Si la región colectora de gas está dispuesta por encima de la región más baja del reactor, los tubos pueden ser conectados a una bandeja intermedia que divide a la región más baja del reactor con respecto de la región colectora de gas, de manera tal que los extremos de cada uno de los tubos sobresalgan dentro de la región colectora de gas, mientras que las partes en forma de U de los tubos están dentro de la región más baja del reactor. Los limbos de los tubos individuales pueden tener también diferentes longitudes, de manera que los extremos de las alas más cortas estén dentro de la región más baja del reactor y los extremos de las alas más largas sobresalgan dentro de la región colectora de gas.

35 En una forma alternativa de realización del reactor, el uno o los más dispositivos instalados adoptan la forma de tubos verticales rectos. Los tubos rectos son dispuestos preferiblemente de manera tal que ellos, si la región más baja del reactor contiene una masa fundida de azufre, se sumerjan dentro de la masa fundida de azufre y conecten el espacio de gas situado por encima de la masa fundida de azufre con la región colectora de gas dispuesta dentro de o por debajo de la región más baja del reactor.

40 Los tubos tienen preferiblemente un diámetro de 20 a 3.000 mm, preferiblemente de 60 a 150 mm, más preferiblemente de 80 a 120 mm. A través de unos orificios que pueden ser previstos, por ejemplo, en la pared lateral de un tubo o, en el caso de los tubos en forma de U con limbos de longitudes desiguales, en el extremo del limbo más corto, la mezcla de gases productos P_u pasa desde la región más baja del reactor a los tubos. Los orificios son dispuestos preferiblemente a una distancia de $0,1$ a 3 m, de manera preferible de $0,4$ a $1,4$ m, por encima del límite entre fases de la masa fundida de azufre, con el fin de impedir la introducción de azufre líquido dentro de los tubos. La mezcla de gases productos circula a lo largo de los tubos y pasa a través de unos orificios que están montados, por ejemplo, junto al extremo de los tubos dentro de la región colectora de gas.

50 El uno o los más dispositivos instalados contienen un catalizador heterogéneo para la conversión adicional del hidrógeno y del azufre presentes en el gas producto P_u en sulfuro de hidrógeno. Típicamente, se usa un catalizador que contiene cobalto y molibdeno. Éste es preferiblemente un catalizador de hidrogenación resistente al azufre que consiste preferiblemente en un soporte, por ejemplo de sílice, alúmina, óxido de zirconio u óxido de titanio y comprende uno o más de los metales activos molibdeno, níquel, wolframio, hierro, vanadio, cobalto, azufre, selenio, fósforo, arsénico, antimonio y bismuto. Se da preferencia particular a un compuesto mixto que se compone de CoO , MoO_3 y Al_2O_3 con o sin un sulfato en forma de tabletas. El catalizador está colocado preferiblemente en la forma de un lecho fijo. En ese caso, el catalizador heterogéneo adopta la forma de gránulos, tabletas o cuerpos conformados comparables. Sin embargo, son posibles también otros diseños, por ejemplo el de panales o de un lecho fluidizado.

55 El catalizador puede similarmente estar presente en los dispositivos instalados en forma de un revestimiento sobre empaquetaduras aleatorias, cuerpos monolíticos o mallas.

La cantidad de catalizador colocada en los dispositivos instalados es guiada por la cantidad de hidrógeno residual que se haya de convertir, por las dimensiones de los dispositivos instalados, por el tipo del catalizador y posiblemente por otros factores. En el caso de un lecho de catalizador, la cantidad de catalizador usado, dependiendo de la cantidad de hidrógeno suministrada, debería ser tal que la carga de hidrógeno no supere un valor de 4000 m³ (STP) de (H₂)/(m³ (de volumen del lecho de catalizador)·h).

Por añadidura, otros catalizadores pueden ser previstos en uno o más sitios en el recipiente de reacción. En este caso, el catalizador está colocado preferiblemente de tal manera que él no entra en contacto con el azufre líquido. Este catalizador puede estar en forma de lechos de gránulos, de un polvo suspendido en el azufre líquido, o de un revestimiento sobre empaquetaduras aleatorias, cuerpos monolíticos o mallas. Si se usa más cantidad de catalizador, este catalizador puede ser proporcionado en las partes internas que actúan como cavernas. En una forma de realización adicional, este catalizador puede ser previsto por encima del azufre líquido y de todas las cavernas.

En una forma de realización preferida del invento, por lo menos uno de los dispositivos instalados para la transferencia de la mezcla de gases productos P_u desde la región más baja del reactor hasta la región colectora de gas está dispuesto, en términos de construcción, de manera tal que, después de un llenado suficiente de la región más baja del reactor con una masa fundida de azufre, ello está en contacto térmico con la masa fundida de azufre de manera tal que el catalizador sea enfriado por transferencia de calor a la masa fundida de azufre. En el caso de los tubos en forma de U o rectos que más arriba se han descrito, estos se diseñan preferiblemente de manera tal que el área de la envoltura externa, en la región del tubo que está llena con catalizador, sea rodeada por la masa fundida de azufre en una extensión de más de un 20 %, de manera preferible en una extensión de más de un 50 %, de manera más preferible en una extensión de más de un 75 %.

Con el fin de asegurar una distribución sustancialmente homogénea de las temperaturas dentro del reactor, el reactor comprende preferiblemente una pared interior que, en el curso del funcionamiento del reactor, con implicación del espacio entre la pared exterior del reactor y la pared interior, permita una circulación continua de la masa fundida de azufre de acuerdo con el principio de una bomba de elevación por aire. El azufre circula en el presente caso, impulsado por la introducción de hidrógeno desde la base, hacia arriba dentro de la región del reactor que está rodeada por la pared interior y circula hasta la base dentro del espacio situado entre la pared exterior del reactor y la pared interior. El azufre que circula hacia abajo puede ser enfriado por retirada de calor a través de la pared exterior del reactor. En una forma de realización preferida, el enfriamiento del azufre que circula hacia abajo es sustentado por unos intercambiadores de calor previstos, por ejemplo, en la pared exterior del reactor o en el espacio situado entre la pared exterior y la pared interior del reactor.

En una forma de realización preferida, el reactor comprende un condensador de reflujo que es apropiado para la condensación del azufre presente en la mezcla de gases productos P_{final}. El condensador de reflujo está dispuesto preferiblemente por encima de la región colectora de gas. El condensador de reflujo está conectado con la región colectora de gas a través de una conducción de entrada que es apropiada para el transporte de la mezcla de gases productos P_{final} desde la región colectora de gas hasta el condensador de reflujo, y tiene una conducción de retorno que es apropiada para el retorno del azufre condensado al reactor, preferiblemente a la región más baja del reactor. El retorno del azufre condensado sirve también para enfriar a la masa fundida de azufre y, por lo tanto, contribuye al mantenimiento de una temperatura constante de la masa fundida de azufre.

Incluso en el curso de un funcionamiento largo durante varios años o varias décadas, el reactor de acuerdo con el invento ha de ser mantenido o reparado solamente de una manera infrecuente. La construcción de acuerdo con el invento evita la aparición de unas temperaturas excesivas en las partes sustentadoras de la presión y, por lo tanto, aumenta la seguridad de la instalación, puesto que una corrosión reducida en esta región reduce al mínimo el riesgo de fallo de los materiales y la probabilidad de accidentes que resulten del escape de sustancias peligrosas, por ejemplo sulfuro de hidrógeno. Las bajas demandas de inspección, mantenimiento y reparación disminuyen los costos y mejoran la disponibilidad.

El presente invento proporciona también un procedimiento para preparar sulfuro de hidrógeno por una reacción exotérmica de azufre con hidrógeno a una temperatura elevada y a una presión elevada en relación con unas condiciones normales para formar una mezcla de gases productos P_{final} que comprende sulfuro de hidrógeno y azufre, comprendiendo dicho procedimiento las siguientes etapas:

- proporcionar una masa fundida de azufre en una región más baja del reactor de un reactor presurizado,
- suministrar hidrógeno presurizado dentro de la masa fundida de azufre, siendo acomodado el hidrógeno suministrado, por lo menos parcialmente, junto con el azufre convertido desde la masa fundida de azufre hasta el estado gaseoso, por al menos una primera caverna no sustentadora de la presión,
- al menos provisionalmente dejar salir el hidrógeno y/o el azufre en la primera caverna de manera tal que se forme, en una reacción exotérmica, una mezcla de gases productos P₁ que comprende sulfuro de hidrógeno, azufre e hidrógeno, y
- transferir continuamente la cantidad total de la mezcla de gases productos P_u formada en la región más baja del reactor a una región colectora de gas por medio de uno o más dispositivos instalados no

sustentadores de presión, en donde mediante el uso de un catalizador en el o los dispositivos instalados el azufre e hidrógeno presentes en la mezcla de gases productos P_u se hacen reaccionar para formar sulfuro de hidrógeno adicional.

El procedimiento se lleva a cabo preferiblemente en el reactor de acuerdo con el invento que ya se ha descrito.

5 En vez de hidrógeno puro, también es posible hacer pasar hidrógeno contaminado a través de la masa fundida de azufre. Las impurezas pueden ser, por ejemplo, dióxido de carbono, sulfuro de hidrógeno, agua, metanol, metano, etano, propano u otros hidrocarburos volátiles. Se da la preferencia a usar un hidrógeno que tenga una pureza mayor que 65 % basándose en el volumen de gas. Las impurezas en el hidrógeno o en los productos de reacción del mismo no se retiran preferiblemente antes de la síntesis de metil mercaptano, sino que se dejan en la mezcla de reaccionantes. El azufre usado puede contener también diferentes impurezas.

La presión y el volumen del hidrógeno suministrado se guían por la presión a la que el reactor se hace funcionar y el volumen de hidrógeno que se requiere. La cantidad de azufre que se usa es virtualmente estequiométrica con respecto a la cantidad de hidrógeno que se usa. El azufre gastado es repuesto durante el proceso.

15 En una forma de realización preferida del procedimiento, la mezcla de gases productos P_1 es acomodada en por lo menos una segunda caverna y es dejada por lo menos provisionalmente dentro de ella, de manera tal que reaccionen el azufre y el hidrógeno presentes en la mezcla de gases productos P_1 con formación de más cantidad de sulfuro de hidrógeno para dar la mezcla de gases productos P_2 .

20 En una forma de realización adicional del procedimiento, por lo menos una porción del hidrógeno suministrado dentro de la masa fundida de azufre es acomodada directamente por al menos una de las segundas cavernas. Se entiende que el concepto de "directamente" significa aquí que el hidrógeno suministrado no es acomodado por una primera caverna antes de pasar dentro de una segunda caverna. El suministro de hidrógeno puede por lo tanto ser controlado con el objetivo de influir de diferentes maneras sobre la velocidad de reacción en las cavernas primera y segunda.

25 El procedimiento se puede realizar de una manera tal que la mezcla de gases productos sea acomodada y dejada por lo menos provisionalmente en por lo menos una tercera o más alta caverna, de manera tal que se hagan reaccionar el azufre y el hidrógeno presentes en la mezcla de gases productos P_2 con formación de más cantidad de sulfuro de hidrógeno.

30 En una forma alternativa de realización del procedimiento, por lo menos algo del hidrógeno se suministra por lo menos a las primeras y/o más altas cavernas, de manera tal que no entre en contacto con anterioridad con la masa fundida de azufre. Esto puede aumentar la concentración de hidrógeno en las cavernas en cuestión sin transferir también simultáneamente azufre adicional al espacio de gas de la caverna.

El suministro de hidrógeno dentro del azufre líquido por debajo de una caverna (por ejemplo de una segunda caverna) en primer lugar tiene el efecto de que el hidrógeno suministrado a esta caverna es aumentado, y en segundo lugar que el azufre es también transferido desde el azufre líquido al espacio de gas de esta caverna.

35 El procedimiento se lleva a cabo preferiblemente de manera tal que el calor de reacción liberado por la reacción de azufre e hidrógeno es liberado dentro de la masa fundida de azufre lo más completamente que sea posible. Esto incluye el calor de reacción liberado por encima del catalizador.

Preferiblemente, la transferencia de calor del calor de reacción, liberado por la reacción de azufre e hidrógeno en el catalizador, a la masa fundida de azufre enfría por lo tanto al catalizador.

40 El procedimiento se realiza preferiblemente de una manera tal que la proporción de sulfuro de hidrógeno en la mezcla de gases productos P_u antes de la introducción dentro del o de los dispositivos instalados que contienen el catalizador es por lo menos de 60 %, preferiblemente por lo menos de 90 %, del volumen de gas. Las condiciones del proceso que se requieren para esta finalidad se describen más abajo. Esto tiene la ventaja de que la baja proporción de hidrógeno en la región del catalizador impide un sobrecalentamiento del catalizador y, por lo tanto, aumenta la vida en servicio útil del catalizador.

50 El procedimiento comprende preferiblemente una etapa de procedimiento adicional en la que el azufre presente en la mezcla de gases productos P_{final} es condensado y reciclado directamente dentro del reactor, preferiblemente a la región más baja del reactor. Como resultado, hay el efecto ventajoso de que el enfriamiento de la masa fundida de azufre tiene lugar como una función de la cantidad de sulfuro de hidrógeno que se ha producido. Más particularmente, en el momento en que sube la temperatura de la masa fundida de azufre, hay similarmente un aumento de la conversión de hidrógeno, la vaporización de azufre y el reflujo de azufre, de manera tal que se

contrarresta el sobrecalentamiento de la masa fundida de azufre. La condensación de azufre se efectúa preferiblemente a una temperatura de 120 a 150°C.

5 El procedimiento de acuerdo con el invento se puede llevar a cabo típicamente a una presión de 1 a 30 bares, preferiblemente de 5 a 15 bares, más preferiblemente de 7 a 12 bares. La temperatura de la masa fundida de azufre es típicamente de 300 a 600°C, preferiblemente de 380 a 480°C, más preferiblemente de 400 a 450°C. Unas conversiones de hidrógeno de 99,9 % son por lo tanto conseguibles con facilidad. Unas conversiones de hidrógeno en la región de 99,93 % se han observado similarmente.

10 El procedimiento de acuerdo con el invento hace posible la producción de un sulfuro de hidrógeno que tenga una pureza de más de 99,8 % en volumen. Se ha encontrado similarmente una pureza hasta de 99,85 % en volumen. En este caso, la mezcla de gases productos, después de una condensación del azufre presente, puede contener entre 0,05 y 0,15 % en volumen de hidrógeno, de 10 a 30 ppm de azufre y de 400 a 600 ppm de sulfanos.

15 El concepto de sulfanos en el contexto de este invento se refieren a unos polisulfuros de hidrógeno de acuerdo con la fórmula empírica H_2S_x , en donde x es típicamente un número entero de 2 a 10. Las concentraciones de azufre más arriba mencionadas son hechas posibles ya por una condensación de azufre dentro del intervalo de temperaturas más arriba mencionado. No se requiere para esta finalidad congelar a unas temperaturas por debajo de 120°C - como es conocido a partir de otros procesos de producción de H_2S -.

El presente invento se refiere también al uso de un reactor de acuerdo con el invento para la preparación de sulfuro de hidrógeno que tiene un contenido de sulfanos que no supera las 600 ppm, que preferiblemente no supera las 400 ppm, y que más preferiblemente no supera las 200 ppm.

20 La Figura 1 muestra, por vía de ejemplo y esquemáticamente, un reactor que se puede usar de acuerdo con el invento para la preparación de sulfuro de hidrógeno a partir de hidrógeno y azufre.

El reactor **1**, mostrado en la Figura 1, comprende un recipiente exterior, sustentador de la presión, que contiene una masa fundida de azufre **3** en la región inferior **2** del mismo. Por medio de unos dispositivos de suministro **5** el hidrógeno se puede introducir dentro de la masa fundida de azufre, y es acomodado directamente por las primeras cavernas **4**. Unos dispositivos de suministro **5a** se pueden usar también para introducir hidrogeno directamente dentro del espacio gaseoso **12** de las primeras cavernas **4**. En el espacio de gas **12** de las primeras cavernas **4** se forma la mezcla de gases productos P_1 que comprende hidrógeno, azufre y sulfuro de hidrógeno. El reactor mostrado tiene también unos adicionales dispositivos de suministro **9**, por medio de los cuales se puede suministrar hidrógeno directamente a las segundas cavernas **8**, en donde la mezcla de gases productos P_2 se forma en el espacio de gas **13**. Por medio de unos dispositivos de suministro **9a** también se puede introducir directamente hidrógeno dentro del espacio de gas **13** de las segundas cavernas **8**. La mezcla de gases que circula hacia arriba es acomodada provisionalmente por las terceras cavernas **10**, en donde la mezcla de gases productos P_3 se forma en el espacio de gas **14**. En el espacio de gas **15** se recoge toda la mezcla de gases productos P_u formada en la región inferior del reactor. El espacio de gas **15** es separado de la región colectora de gas **6** por medio de una bandeja intermedia **16**. La mezcla de gases productos P_u es transferida desde el espacio de gas **15** a la región colectora de gas **6** usando el dispositivo instalado **7**. El dispositivo instalado **7** es diseñado como un tubo en forma de U que se sumerge dentro de la masa fundida de azufre **3**. Pasando por los orificios **17** y **18**, el gas puede circular dentro y fuera del dispositivo instalado **7**. El dispositivo instalado **7** acomoda a un catalizador que hace posible la conversión ulterior de azufre e hidrógeno en la mezcla de gases productos P_u para formar la mezcla de gases productos P_{final} . La mezcla de gases productos P_{final} que comprende azufre y sulfuro de hidrógeno es acomodada en la región colectora de gas **6** y puede ser retirada del reactor pasando por el orificio **19**, o puede ser suministrada opcionalmente a un condensador de reflujo. En la región de la masa fundida de azufre, el reactor comprende también una pared interior **11** que sirve para la circulación continua de la masa fundida de azufre de acuerdo con el principio de una bomba de elevación por aire.

45 La Figura 2 muestra un esquema de cuatro diferentes disposiciones de cavernas ilustrativas en el caso de un reactor que tiene unas primeras, segundas y terceras cavernas. Las cavernas consisten en unas bandejas intermedias cada una de las cuales tiene un orificio. Cada uno de los orificios está dispuesto de manera tal que la mezcla de gases debe circular desde la primera a la segunda y desde la segunda a la tercera cavernas. En la parte izquierda superior hay un reactor de acuerdo con el invento con unas primeras, segundas y terceras cavernas en cada caso. Las tres tienen cada una la misma geometría. En la parte superior a la derecha hay un reactor de acuerdo con el invento con unas primeras, segundas y terceras cavernas en cada caso, aumentando continuamente la altura de los diques y aumentando, por lo tanto, el período de tiempo de permanencia de la mezcla de gases procedente de la primera hasta la tercera cavernas. En la parte inferior a la izquierda hay un reactor de acuerdo con el invento con una primera, segunda y tercera cavernas en cada caso, teniendo todas las cavernas la misma altura de los diques. La segunda caverna tiene un orificio circular en el centro de la bandeja intermedia. En la parte derecha interior hay un reactor de acuerdo con el invento con una primera, una segunda y una tercera cavernas en cada caso, aumentando continuamente la altura de los diques y, por lo tanto, aumentando el período de tiempo de permanencia de la mezcla de gases procedente de las primeras hasta la tercera cavernas.

La Figura 3 muestra un esquema de formas de realización ilustrativas de las cavernas. Las cavernas mostradas tienen una bandeja intermedia con un dique que discurre a lo largo del borde de la misma. Se muestran diversas formas de realización para el borde inferior del dique **A** y el perfil del dique **B**.

Ejemplos

5 Ejemplo 1 (ejemplo comparativo)

1000 l (STP)/h de hidrógeno se introdujeron continuamente a través de un material sinterizado junto a la base dentro de un tubo que tenía un diámetro interno de 5 cm que había sido llenado con azufre líquido hasta una altura de 1 m. El consumo de azufre fue compensado mediante una adición dosificada adicional de azufre líquido, mientras que se mantenía constante el nivel de llenado. El azufre retirado desde la corriente de gases productos por condensación fue reciclado dentro de la región superior del tubo en forma líquida. Por encima del azufre líquido, se proporcionaron unos termopares encamisados para la medición de la temperatura a unos intervalos de 10 cm. Mientras que el reactor era calentado a 400°C eléctricamente por intermedio de la pared exterior, estaba presente una temperatura homogénea de aproximadamente 397°C dentro del azufre. Sin embargo, los termopares situados por encima del azufre mostraron una temperatura máxima de 520°C. Por añadidura, por encima del azufre líquido, nuevas muestras de material hechas de acero inoxidable normal (1.4571) en el lugar de la máxima temperatura. Después de un periodo de tiempo de funcionamiento de aproximadamente 400 h, las muestras de material se retiraron y mostraron unos graves fenómenos de corrosión en la forma de formación de escamas y pérdida de peso.

Ejemplo 2 (ejemplo comparativo)

Se repitió el Ejemplo 1, excepto que la altura del azufre líquido fue aumentada a 4 m. El valor de la máxima temperatura por encima del azufre líquido fue mantenido. Se produjeron similarmente graves fenómenos de corrosión en las muestras de material.

Ejemplo 3 (ejemplo comparativo)

Se repitió el Ejemplo 2, excepto que un 15 % en peso de un catalizador pulverulento de $\text{Co}_3\text{O}_4\text{MoO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ se suspendió en azufre líquido. El valor de la temperatura máxima por encima del azufre líquido fue mantenido. Se produjeron similarmente graves fenómenos de corrosión en las muestras de material.

Ejemplo 4

El procedimiento de acuerdo con el invento fue examinado en una instalación experimental. El reactor experimental tenía una altura de aproximadamente 5,5 m, un diámetro de aproximadamente 0,5 m y un volumen de aproximadamente 0,8 m³. La instalación experimental estaba equipada con cuatro cavernas de iguales dimensiones en serie. Se midieron y añadieron dosificadamente 70 m³ (STP)/h de hidrógeno continuamente a través de las alimentaciones de hidrógeno, lo cual correspondía a una carga de hidrógeno de 3.700 m³ (STP) de (H₂)/(m³ (de volumen de caverna)·h) basado en la única caverna. El azufre gastado fue repuesto mediando control del nivel de llenado. El azufre retirado desde la corriente gaseosa de productos por condensación fue reciclado dentro del reactor en una forma líquida. La presión en el reactor fue de 12 bares. La temperatura en el azufre líquido fue de 430°C. El período de tiempo de permanencia en las cavernas fue de 5 s en cada caso. La conversión de H₂ a través de una reacción homogénea en las cavernas fue de aproximadamente 90 %. Por medio de unos termopares instalados de una manera fija en el reactor, se midió la temperatura dentro de las cavernas y por encima de la masa fundida de azufre. La más alta temperatura medida en las cavernas en estas circunstancias fue de 479°C. Por encima de la fase de azufre líquido no era discernible el comienzo de ninguna reacción homogénea. La temperatura del gas por encima del azufre líquido correspondía virtualmente a la temperatura del azufre líquido, de manera tal que no hubo demandas aumentadas para el material de la camisa sustentadora de presión en la región de la fase gaseosa por encima del azufre líquido.

La fase gaseosa circuló entonces en y a través del catalizador en el dispositivo instalado, como se muestra esquemáticamente en la Fig. 1 (7). El hidrógeno remanente fue luego convertido virtualmente por completo sobre el catalizador (conversión global de H₂ 99,86 % en moles). La velocidad espacial horaria de gas sobre el catalizador fue de 3.700 m³ (STP) de (H₂)/(m³ (volumen del lecho de catalizador)·h). No hubo virtualmente aparición de corrosión en la forma de una formación de escamas o de una pérdida de peso en el material usado. Las muestras de material huecas de un acero inoxidable normal (1.4571) que fueron instaladas con finalidades comparativas, tenían solamente un moderado ataque por corrosión.

50 Lista de números de referencia

- (1) Reactor
- (2) Región inferior del reactor

ES 2 717 881 T3

- (3) Masa fundida de azufre
- (4) Primeras cavernas
- (5, 5a) Dispositivo para el suministro de hidrógeno a las primeras cavernas
- (6) Región colectora de gas
- 5 (7) Dispositivo instalado para la transferencia de gas desde la región inferior del reactor a la región colectora de gas, que opcionalmente contiene un catalizador
- (8) Segundas cavernas
- (9,9a) Dispositivo para el suministro de hidrógeno a las segundas cavernas
- (10) Terceras cavernas
- 10 (11) pared interior
- (12) Espacio de gas de las primeras cavernas
- (13) Espacio de gas de las segundas cavernas
- (14) Espacio de gas de las terceras cavernas
- (15) Espacio de gas de la región inferior del reactor
- 15 (16) Bandeja intermedia
- (17) Orificio
- (18) Orificio
- (19) Orificio

REIVINDICACIONES

1. Reactor (1) apropiado para la preparación continua de sulfuro de hidrógeno por reacción exotérmica de azufre e hidrógeno con el fin de formar una mezcla final de gases productos P_{final} que comprende sulfuro de hidrógeno y azufre a una temperatura elevada y a una presión elevada con relación a las condiciones normales, comprendiendo dicho reactor (1)
- 5
- una región inferior (2) del reactor, apropiada para acomodar una masa fundida de azufre (3),
 - una o más primeras cavernas (4) no sustentadoras de presión y al menos un dispositivo de suministro (5, 5a) adecuado para controlar el suministro de hidrógeno gaseoso presurizado a través de la primera caverna, siendo adecuadas dichas cavernas (4) para el acomodamiento, al

10

 - menos provisional, de una mezcla de gases productos P_1 que se forma en una reacción exotérmica y comprende sulfuro de hidrógeno, azufre e hidrógeno, y
 - una región colectora de gas (6) apropiada para acomodar la mezcla de gases productos P_{final} a una temperatura elevada y a una presión elevada en relación con unas condiciones normales,

15
- caracterizado por que el reactor (1) comprende adicionalmente uno o más dispositivos (7) instalados no sustentadores de la presión, apropiados para la transferencia continua de la mezcla de gases productos P_u formada en la región inferior (2) del reactor a la región colectora de gas (6) en donde dichos uno o más dispositivos instalados contienen un catalizador heterogéneo para la conversión ulterior de hidrógeno y azufre presentes en el gas producto P_u en sulfuro de hidrógeno.
2. Reactor de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el reactor (1) comprende al menos dos primeras cavernas (4) no sustentadoras de presión y al menos un dispositivo de suministro (5, 5a) apropiado para el suministro controlado de hidrógeno gaseoso presurizado a través de la primera caverna (4), siendo dichas primeras cavernas (4) apropiadas para el acomodamiento, al menos provisional, de la mezcla de gases productos P_1 que se forma.
- 20
3. Reactor de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el reactor (1) comprende adicionalmente una o más segundas cavernas (8) que están dispuestas por encima de la o las primeras cavernas (4) y son apropiadas para el acomodamiento, al menos provisional, de la mezcla de gases productos P_1 formada en la o las primeras cavernas (4) y para la formación de sulfuro de hidrógeno adicional mediante reacción exotérmica de azufre e hidrógeno para formar una mezcla de gases productos P_2 , en donde preferiblemente al menos una de las segundas cavernas (8) comprende al menos un dispositivo de suministro (9, 9a) apropiado para el suministro controlado de hidrógeno gaseoso presurizado, y/o el reactor (1) comprende adicionalmente una o más terceras (10) y opcionalmente otras adicionales cavernas correspondientemente apropiadas, no sustentadoras de presión, dispuestas por encima de la o las segundas cavernas (8).
- 25
4. Reactor de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado por que por lo menos una de las segundas o más altas cavernas (8, 10) tiene un volumen mayor que cada una de las primeras cavernas (4) y/o por que al menos una de las segundas o más altas cavernas (8,10) tiene una más baja retirada de calor por motivos de construcción que cada una de las primeras cavernas (4).
- 30
5. Reactor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el uno, más de uno o todos los dispositivos instalados (7) para la transferencia de la mezcla de gases productos P_u desde la región inferior (2) del reactor a la región colectora de gas (6) están dispuestos, en términos de construcción, de manera tal que, después de un suficiente llenado de la región inferior (2) del reactor con una masa fundida de azufre (3), están en contacto térmico con la masa fundida de azufre (3) de manera tal que el catalizador es enfriado por transferencia de calor a la masa fundida de azufre (3).
- 35
6. Reactor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que el reactor comprende una pared interior (11) que, en el curso del funcionamiento del reactor con implicación del espacio entre la pared exterior del reactor y la pared interior (11) permite una circulación continua de la masa fundida de azufre de acuerdo con el principio de una bomba de elevación por aire, en donde opcionalmente el reactor comprende adicionalmente
- 40
- un condensador de reflujo apropiado para una condensación del azufre presente en la mezcla de gases productos P_{final} ,
 - una conducción de entrada apropiada para el transporte de la mezcla de gases productos P_{final} desde la región colectora de gas al condensador de reflujo y

45

 - una conducción de retorno apropiada para el retorno del azufre condensado al reactor.

50
7. Procedimiento para preparar sulfuro de hidrógeno por reacción exotérmica de azufre con hidrógeno a una temperatura elevada y una presión elevada con relación a las condiciones normales para formar una mezcla de gases productos P_{final} que comprende sulfuro de hidrógeno y azufre, comprendiendo dicho procedimiento las siguientes etapas:
- 55
- proporcionar una masa fundida de azufre en una región más baja del reactor de un reactor presurizado,

- suministrar hidrógeno presurizado dentro de la masa fundida de azufre, siendo acomodado el hidrógeno suministrado, por lo menos parcialmente, junto con el azufre convertido desde la masa fundida de azufre hasta el estado gaseoso, por al menos una primera caverna no sustentadora de la presión,
- 5 - al menos provisionalmente dejar salir el hidrógeno y el azufre en la(s) primera(s) caverna(s) de manera tal que se forme, en una reacción exotérmica, una mezcla de gases productos P_1 que comprende sulfuro de hidrógeno, azufre e hidrógeno, y
- transferir continuamente la cantidad total de la mezcla de gases productos P_u formada en la región más baja del reactor a una región colectora de gas por medio de uno o más dispositivos instalados no sustentadores de la presión, en donde mediante el uso de un catalizador en el o los dispositivos instalados
- 10 el azufre e hidrógeno presentes en la mezcla de gases productos P_u se hacen reaccionar para formar sulfuro de hidrógeno adicional.

8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado por que la mezcla de gases productos P_1 es acomodada en una o más segundas cavernas y es dejada por lo menos provisionalmente en ella o ellas, de manera tal que reaccionen el azufre y el hidrógeno presentes en la mezcla de gases productos P_1 con formación de más

15 cantidad de sulfuro de hidrógeno para dar una mezcla de gases productos P_2 , en el que preferiblemente al menos una porción del hidrógeno suministrado a la masa fundida de azufre es acomodada directamente por una o más segundas cavernas y/o la mezcla de gases productos es acomodada y dejada, por lo menos provisionalmente, en una o más terceras o más altas cavernas, con el fin de hacer reaccionar el azufre y el hidrógeno presentes en la mezcla de gases productos P_2 con formación de sulfuro de hidrógeno adicional.

9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, caracterizado por que el catalizador es enfriado por transferencia de calor de calor de reacción, liberado por la reacción de azufre e hidrógeno en el catalizador, a la masa fundida de azufre.

20

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 7 a 9, caracterizado por que la proporción de sulfuro de hidrógeno en la mezcla de gases productos P_u antes de la introducción en el o los dispositivos instalados que contienen el catalizador es por lo menos un 60 % del volumen de gas.

25

11. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, caracterizado por que comprende una etapa adicional de procedimiento en la que el azufre presente en la mezcla de gases productos P_{final} se condensa y recicla directamente al reactor.

12. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, caracterizado por que la preparación de sulfuro de hidrógeno se realiza a una presión de 5 a 15 bares.

30

13. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 12, caracterizado por que la temperatura de la masa fundida de azufre es de 400 a 450°C.

14. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 13, caracterizado por que la masa fundida de azufre se hace circular continuamente de acuerdo con el principio de una bomba de elevación por aire.

15. Uso de un reactor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, para la preparación de un sulfuro de hidrógeno que tiene un contenido de sulfanos que no excede de 600 ppm.

35

Fig. 1

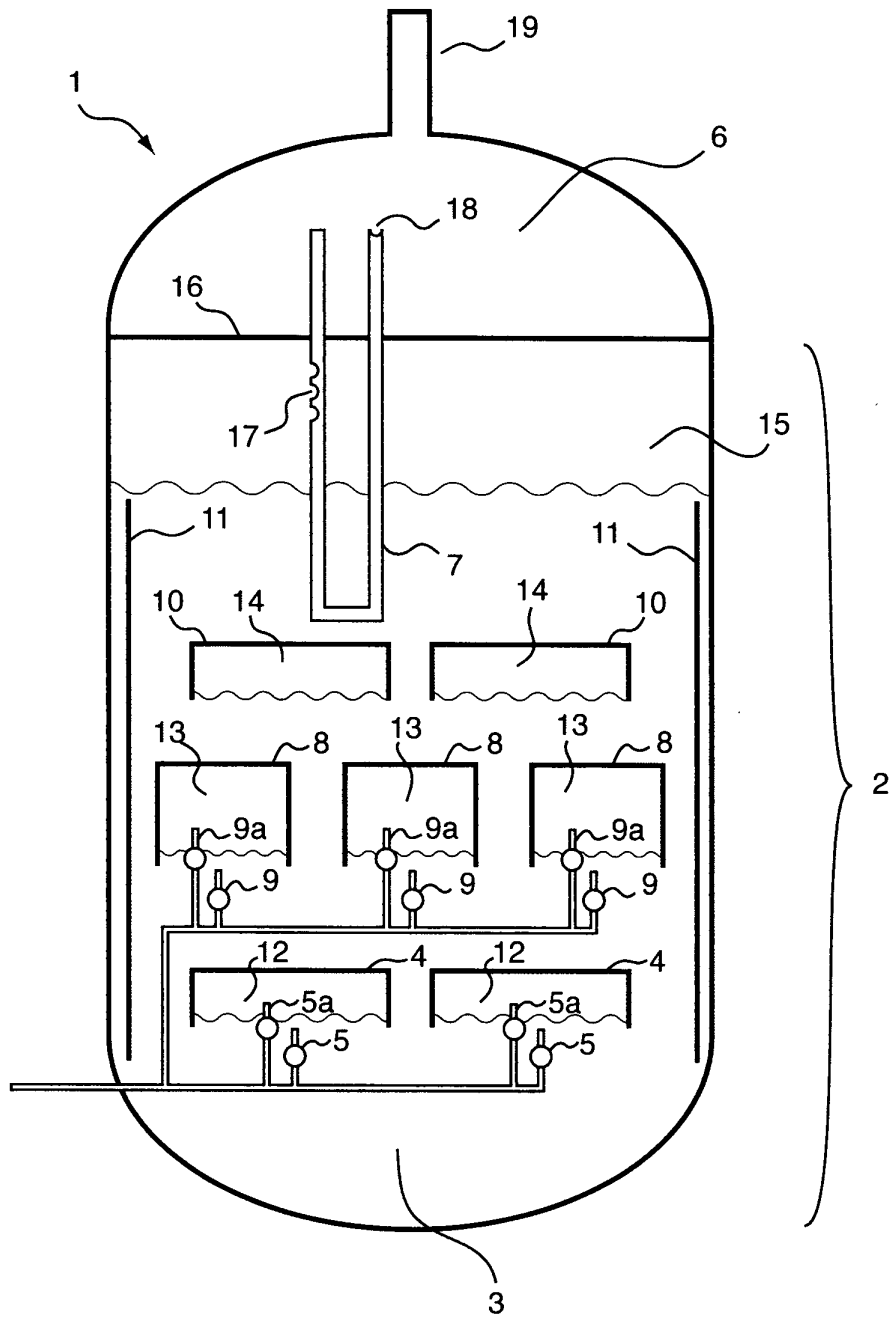


Fig. 2

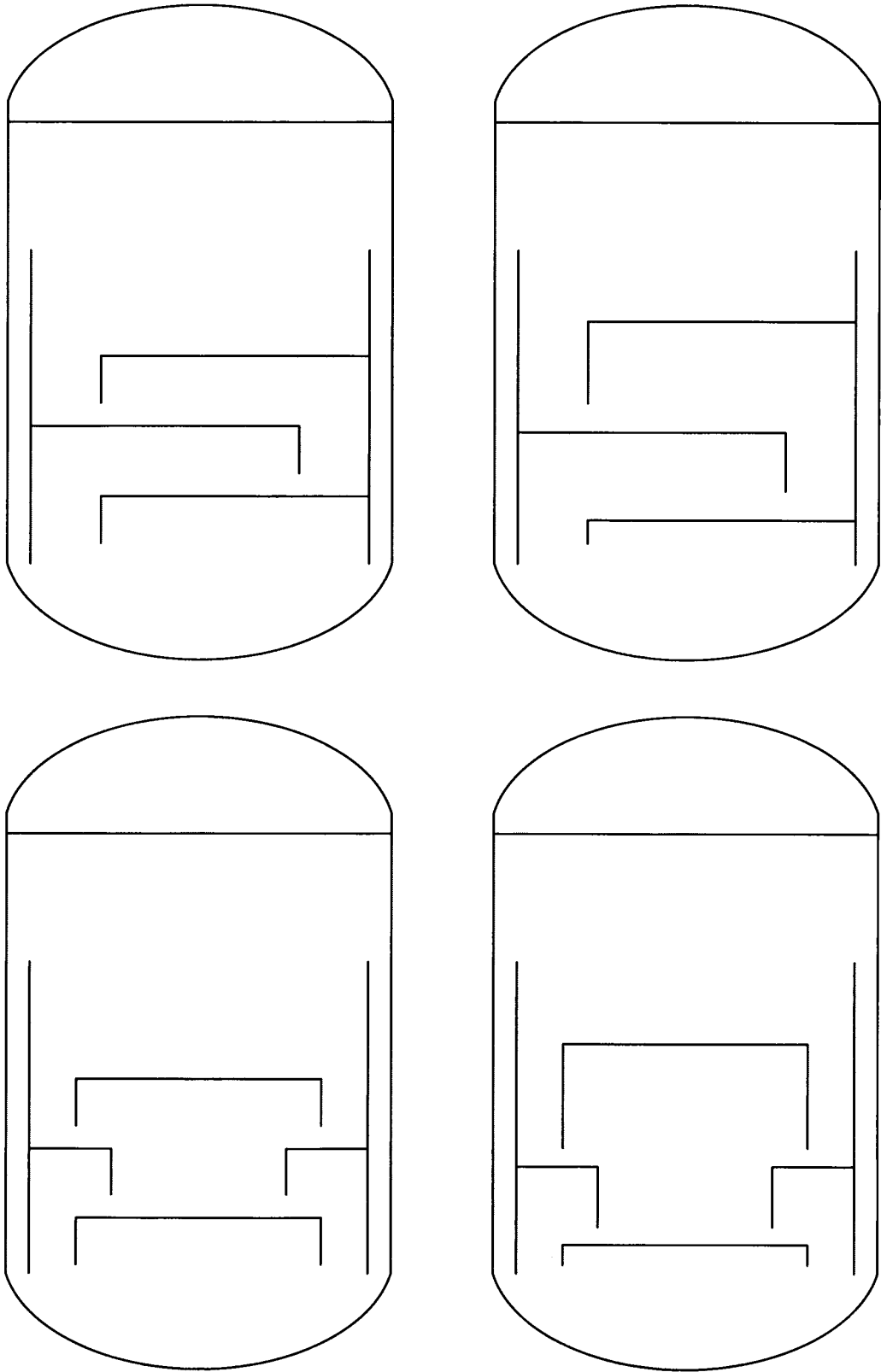


Fig. 3

