

no/

Caso SASM.



175285

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

=====

a favor de

KOPPERS COMPANY, INC. de nacionalidad norteamericana, domiciliada en PITTSBURGH (Pennsylvania, E.U.)

por:

" Aparato para extraer el amoniaco de los gases que lo contienen ".

-----:oOo:-----

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

Esta invención se refiere a aparatos para la separación u obtención del amoniaco de los gases que lo contienen, por ejemplo los gases de cokificación y más especialmente se refiere a aparatos en los cuales el amoniaco es absorbido e



un medio de reacción ácida y recogido en forma de una sal amónica.

5 En la destilación de la hulla se obtiene un gas que contiene notables cantidades de amoniaco. En la práctica se acostumbra recuperar éste amoniaco haciendo pasar este gas, denominado generalmente gas de hulla, a un saturador
10 conteniendo una masa de un medio acuoso ácido (generalmente ácido sulfúrico diluido) saturado de amoniaco. Esta operación se efectúa en un elemento apropiado de la instalación en el cual a medida que el medio acuoso se sobresatura, la sal amoniacal cristaliza y cae al fondo del saturador que generalmente presenta la forma de un cono invertido.

15 Uno de los principales inconvenientes de este modo de proceder consiste en que la sal amoniacal cristaliza en una forma extremadamente fina. A consecuencia de ello se han propuesto un gran número de formas distintas de saturadores, destinados a solventar esta dificultad. En general se basan
20 todas ellas en producir una agitación obtenida por un medio u otro, por ejemplo, el paso del medio acuoso de un nivel a otro del saturador. Sin embargo, estas diversas formas de ejecución aún cuando representan un perfeccionamiento notable, no satisfacen como sería de desear, al deseo de obtener una uniformidad en el tamaño de los cristales ni a la facultad de poder regular el tamaño de los mismos. Según otras variantes,
25 el medio acuoso en dispersión se pone en contacto con los gases, por ejemplo, en una torre de rociado, recogándose el medio acuoso disperso y haciéndose pasar a través de una capa de cristales a fin de provocar la cristalización y la desaturación. Esta variante presenta a su vez el inconveniente de
30 exigir bajo una forma u otra un aparato de dispersión del líquido así como recipientes distintos destinados uno a la ab-



sorción y otro a la cristalización. Según los medios empleados para la puesta en práctica del procedimiento, se encuentran nuevos inconvenientes ya que cada sistema particular de dispersión del líquido y cada disposición diferente de los recipientes de absorción y cristalización, presentan nuevos problemas.

El fin que esta invención se propone consiste en efectuar la absorción del amoníaco, de los gases que lo contienen, en un medio de reacción ácida de un modo más fácil y económico que hasta ahora, en atenuar los efectos perjudiciales de las impurezas, efectuar en un mismo y único recipiente la absorción, sobresaturación, vaporización y enfriamiento, cristalización y reducción de la saturación, así como la clasificación y regulación del tamaño de los cristales, reduciéndose al minimum la formación de cristales demasiado pequeños, evitar los inconvenientes de las técnicas anteriormente seguidas y conseguir las ventajas que se citarán a medida del transcurso de la descripción.

Los fines perseguidos por esta invención se consiguen por el funcionamiento de un saturador para la recuperación del amoníaco de los gases que lo contienen, de modo que la concentración en sal amoniacal no llegue en ningún punto del saturador a un grado tal que provoque la formación excesiva de nuevos cristales. Hasta ahora no ha sido posible conseguir que un tal saturador funcione de manera que se evite la formación de nuevos cristales en cantidades inadmisiblemente considerables. Resultado de ello es que los cristales son pequeños o que la masa cristalina está constituida por cristales grandes y pequeños. Gracias a esta invención se consigue una regulación relativamente amplia sobre el tamaño de los cristales permitiendo obtener cristales relativamente grandes sin estar mezclados con



cristales de magnitudes indeseadas.

En la práctica de esta invención se introduce el gas cargado de amoníaco en una masa de solución de saturador que contiene cristales, haciendo que atraviese por lo menos una parte de esta solución próxima a la superficie. Se retira inmediatamente la parte de solución a través de la cual se ha hecho pasar el gas y se la introduce de nuevo en el saturador a un nivel sensiblemente inferior. Regulando de esta manera la proporción de gases introducidos cargados de amoníaco y la sustracción de la solución se consigue mantener en esta última una concentración en sal amoniacal por bajo de la cual se formarían en cantidades perjudiciales nuevos cristales.

Según esta invención se ha observado que se consigue un notable perfeccionamiento, retirando la solución de la zona en la que se introduce el gas cargado de amoníaco, es decir, de la zona de sobresaturación, en proporción tal que la concentración sea inferior a aquella en la que, en ausencia de cristales, se produce una nueva cristalización. Dado un determinado saturador es posible determinar la concentración a la cual se forman nuevos cristales, así como la concentración a la cual empiezan a aparecer nuevos cristales en el saturador, en una solución saturada a partir de una solución no saturada, por ejemplo al empezar un nuevo ciclo operatorio. Sin embargo, operando en esta forma no se consiguen más que en parte, los fines de esta invención, ya que a estas concentraciones se forman, en presencia de estos cristales, una gran cantidad de cristales nuevos. Se ha observado, y en este aspecto la invención adquiere un sentido más especial, que pueden obtenerse mayores ventajas estableciendo una proporción entre la cantidad de solución sustraída y la cantidad de gas amoniacal introducida, de modo que la concentración en sal



amoniacal en la solución del saturador, no llegue a la concentración a la cual se forman nuevos cristales en presencia de los cristales preexistentes. Esto permite, casi, suprimir la formación de nuevos cristales y el exceso de sal amoniacal presente en la solución del saturador con relación a la concentración de saturación puede depositarse sobre los cristales que se encuentran ya en dicha solución. Esta concentración puede determinarse durante el funcionamiento de un saturador cualquiera, de terminando el número de cristales por unidad de volumen de solución inmediatamente antes del contacto del gas cargado de amoníaco, por comparación con el número de cristales por unidad de volumen en la solución substraída. Resulta así posible efectuar un control eficaz de la magnitud de los cristales y evitar que se formen cristales cargados de cantidades excesivas de otros que no presentan el tamaño deseado.

Para conseguir la regulación deseada del tamaño de los cristales se introduce de nuevo en el saturador a un nivel inferior la solución extraída de la zona de saturación. Ello provoca un movimiento de ascenso continuo de la solución en el saturador. Este movimiento ascendente de la solución permite clasificar los cristales en el saturador.

Los cristales tan pequeños que su velocidad de caída es inferior a la velocidad ascensional de la solución en el saturador suben a la superficie de donde serán retirados al mismo tiempo que la solución del saturador para ser introducidos de nuevo en el mismo, a un nivel inferior. Por el contrario, los cristales suficientemente grandes para que su velocidad de caída sea aproximadamente igual a la velocidad ascensional de la solución en el saturador quedan en suspensión a una cierta distancia por debajo de la zona de absorción del saturador. El nivel al cual quedan en suspen-



sión depende de su tamaño y de la concentración de cristales a dicho nivel, ya que la velocidad de la corriente ascendente a un determinado nivel es función de la concentración de cristales a dicho nivel. La presencia de cristales en la solución tiene por efecto la disminución de la sección de paso de la solución al nivel en consideración, aumentando proporcionalmente la velocidad de la corriente ascendente. Cuanto más crecen los cristales más abajo descienden reduciendo cada vez más la sección libre para el paso de la solución a éste nivel y aumentando la velocidad de derrame a este nuevo nivel. Así pues, un cristal no puede descender a un nivel más bajo que el que corresponde a su tamaño. De esta manera la parte de solución que en el saturador se encuentra por debajo de la zona de absorción actúa como zona de clasificación en la cual los cristales se escalonan según tamaño desde la parte inferior en que se encuentran los mayores hasta la parte superior en la que se encuentran los pequeños.

Aparte de la absorción y de la clasificación se producen en el saturador otros fenómenos. Por ejemplo, la evaporación de agua que no cesa de producirse en la superficie de la solución provoca un enfriamiento. La reacción entre el amoníaco contenido en el gas y el ácido contenido en la solución del saturador es exotérmica. Así pues de la zona de absorción se desprende una cantidad apreciable de calor. Este calor se disipa bajo la forma de calor de evaporación del agua. La zona de clasificación ejerce así mismo el papel de zona de reducción de la sobresaturación. A medida que la solución sobresaturada es retirada de la zona de absorción y enviada hacia lo alto a través de los cristales en suspensión en la zona de clasificación, la sal amoníaco presente en exceso sobre la saturación se deposita sobre los cristales de la zona de clasificación favoreciendo de esta manera el crecimiento de los cristales.



les y reduciendo la concentración de la solución de sal que la contiene en exceso antes de su subida a la zona de absorción. Así pues un saturador funcionando conforme esta invención asegura al mismo tiempo la absorción y sobresaturación, la evaporación y enfriamiento, la cristalización y reducción de la sobresaturación y finalmente la clasificación.

Se ha observado que puede facilitarse la clasificación en el saturador construyendo por lo menos la mitad inferior, de éste (a contar desde el nivel del líquido) de modo que la sección horizontal sea igual en todas sus partes e introduciendo la solución retirada de la parte inferior del saturador por diferentes puntos de este mismo, a fin de que la corriente ascendente del líquido sea por lo menos en la parte inferior del saturador sensiblemente uniforme perpendicularmente a la sección del saturador. Dado que en todos los puntos la sección transversal es igual, la sección útil resulta menor y la velocidad de circulación es mayor en la proximidad del fondo en el cual es mayor la concentración de cristales; por consiguiente en toda la altura en la cual las secciones transversales son sensiblemente uniformes se producirá una variación uniforme de la velocidad. En otras palabras la velocidad de salida disminuye gradualmente a medida que la solución se desplaza de abajo arriba. De ello resulta una gradación regular de l tamaño de los cristales desde la parte inferior a la superior de la zona de clasificación.

Las grandes velocidades de salida exigidas para la consecución de los fines de esta invención tienden a provocar el arrastre de burbujas de gas en la solución que se separa. Por consiguiente, otra característica de la invención consiste en asegurar la eliminación de estas burbujas de gas arrastradas antes de la admisión de la solución retirada, en la zona de cla-



sificación. Si se permite que estas burbujas penetren en la zona de clasificación, tienden a fijarse sobre los cristales en suspensión oponiéndose a su clasificación conveniente. Aún cuando sea posible eliminar de la solución estas burbujas de gas sometiéndola a un tratamiento conveniente se ha observado que esta operación puede verificarse eficazmente retirando la solución del saturador en una superficie bastante grande para que la velocidad de la corriente descendente sea inferior a la velocidad accensional de las burbujas de gas arrastradas. Ello permite extraer cantidades notables de solución en contacto del gas y eliminar de la misma las burbujas de gas arrastradas antes de introducir la solución en la zona de clasificación.

Se ha observado que es posible aumentar todavía el tamaño y uniformidad de los cristales separando de la solución del saturador, una pequeña cantidad de los cristales más pequeños, disolviéndoles e introduciéndolos de nuevo ya disueltos, en el saturador. Este trabajo es prácticamente posible en los casos previstos por esta invención a consecuencia de la necesidad de reemplazar el agua perdida por evaporación u otras causas, así como por la clasificación intensiva efectuada en el saturador. Así pues, puede extraerse solución de las capas superficiales donde se encuentran únicamente los cristales más pequeños, (dada la rigurosa clasificación que tiene lugar en el saturador), diluirla en agua en la proporción deseada para disolver los cristales e introducir de nuevo la solución en el saturador. Esto permite disminuir el número de núcleos de des-sobresaturación para compensar toda formación accidental o eventual de nuevos gérmenes cristalinos. La adición del agua necesaria para compensar la evaporación y otras pérdidas a la disolución selectiva de los cristales más pequeños, asegura un



control sensiblemente más exacto del tamaño y uniformidad de los cristales sin alterar el equilibrio del agua. Puede aumentarse la aptitud de los cristales pequeños a esta disolución selectiva, calentando la solución del saturador, calentamiento destinado a contribuir a la evaporación. Esto puede conseguirse calentando el gas cargado de amoniaco antes de su introducción en el saturador o estableciendo un cambio indirecto de calor entre el fluido calentador y la solución del saturador.

10 Puede efectuarse así mismo la disolución selectiva de los pequeños cristales, extrayendo solución en una zona vertical del saturador en la que solo se encuentran cristales pequeños, preferiblemente cerca de la superficie, donde la velocidad de corriente ascendente es débil, calentando la solución extraída a una temperatura superior a la de saturación a fin de disolver los cristales e introduciendo de nuevo en el saturador la solución así tratada. Esta manera de proceder ofrece la ventaja de no requerir una dilución con agua. Ello significa que el número de cristales disueltos no está limitado por el agua disponible y que es posible aplicarla a una operación en la que se encuentre en desequilibrio la cantidad de agua. En efecto el calor suministrado en ésta forma tiende a corregir este desequilibrio aumentando el contenido térmico de la solución del saturador favoreciendo la evaporación del agua.

25 En la operación de disolución selectiva tal como se ha descrito, puede separarse la solución en tratamiento en una tina de sedimentación a fin de eliminar el alquitrán. Esta sedimentación se efectuará preferiblemente después de la saturación para que el alquitrán no presente cristales de sal ocluidos.

30 El alquitrán que se reúne en la superficie puede ser recogido a intervalos convenientes. La solución limpida se retira de la



parte inferior y se introduce de nuevo en el saturador. Así no solo se elimina el alquitrán sino otras impurezas sólidas como los ferrocianuros aprisionados en el alquitrán.

5 En los planos adjuntos se representan varias formas de ejecución del aparato objeto de esta patente, para extraer el amoniaco de los gases que lo contienen.

La figura 1, representa parte en alzado y parte en sección el aparato conforme esta invención.

10 Las figuras 2 y 3, representan secciones de detalle.

La figura 4, es una sección vertical transversal de una variante del saturador.

Las figuras 5, 6, 7, 8 y 9, representan secciones transversales esquemáticas de variantes del saturador.

15 En la figura 1, se representa un saturador constituido por una tina -12- y una cubierta formando un recinto hermético a los gases. Este saturador -10- presenta un perfil horizontal circular, mientras que su perfil vertical es tal como se representa en el plano. La tina -12- comprende una sección inferior -16- en forma de cubeta y una sección superior -18- en forma de tronco de cono invertido, unidas entre sí por una sección media -20- de forma cilíndrica. La cubierta comprende una sección inferior cilíndrica, que se eleva a partir de la parte superior de la tina -12- y una parte superior de forma troncocónica. En la parte superior de la cubierta se encuentra un orificio -26- por el cual el gas depurado pasa al conducto de descarga -28-. Cerca de la parte inferior de la sección -22- de la cubierta, se encuentran un cierto número de aberturas -30- distribuidas en su circunferencia y por las cuales se dá entrada al gas que debe someterse a tratamiento en el saturador, a través de los con-

20

25

30



ductos de entrada -32- y -34- pasando primeramente el gas por un colector de humedad -36- cuyo conducto de entrada se encuentra en comunicación con un manantial conveniente de gas de coquificación.

5 Un conducto -40- que parte del interior de la cubierta -14- a un nivel de la sección cilíndrica -22- de la misma por debajo de las aberturas de entrada -30- se prolonga hasta la parte inferior en la tira -12-, estando constituida dicha tubería por una sección tronco cónica superior -42- unida herméticamente con la sección -22- por una junta representada en detalle en la figura 2 y por una sección inferior cilíndrica -34- que se prolonga en dirección de la sección superior -18- de la tina -12- sin alcanzarla. Esta sección inferior -44- presenta varias hendiduras verticales -46- uniformemente distribuidas como puede verse en la figura 3 y que se prolongan utilmente hasta la parte inferior del conducto formando así múltiples dientes -48-. Las paredes del saturador, el conducto y la solución presente en el saturador forman así un compartimiento anular -50-, estanco a los gases, del cual estos últimos no pueden pasar al saturador más que por las hendiduras -46-. Cuando la presión del gas en el compartimiento -50- hace bajar el nivel del líquido, quedan libres los extremos superiores de las hendiduras -46- constituyendo aberturas por las que puede pasar el gas. Estas aberturas son variables según la medida en que las hendiduras -46- quedan libres. Ello depende de la presión del gas en el compartimiento -50-. El gas que atraviesa las aberturas se eleva en forma de burbujas a través de la capa de solución que se encuentra por encima de la parte superior de las hendiduras -46-. Esta es la capa que constituye la zona de absorción o sobre saturación de que se ha hablado.

10

15

20

25

30



La profundidad o espesor de la zona de absorción queda determinada por el conducto rebosadero -52- que penetra en el saturador a través de la sección superior -18- de la tina -12- elevándose a lo largo del conducto -42-. La profundidad óptima se determina estableciendo una comparación entre dos resultados contradictorios. En efecto, a medida que aumenta el espesor de la zona de absorción, aumenta la diferencia de presión. Es necesario entonces un mayor consumo de energía para hacer pasar el gas a través del aparato. Por otra parte si la profundidad es demasiado pequeña la duración del contacto entre el gas y el líquido es demasiado corta para que pueda establecerse más o menos un estado de equilibrio. Por este motivo se acostumbra hasta ahora mantener la profundidad hasta unos 30 cm. o más. Los procedimientos según esta invención presentan la ventaja especial de que obtiene sensiblemente el estado de equilibrio incluso con un espesor mucho menor. Así pues y como se explicará, puede satisfacer plenamente un espesor menor habiéndose observado que se obtienen resultados satisfactorios con una altura de 120 mm.

En la cuba o tina -12- del saturador y en el eje del conducto -40- está montada, sobre los soportes -54- convenientemente separados, una boca de aspiración -56-. Sobre el borde de la boca de aspiración -56- se encuentra fijado por ganchos y hendiduras una compuerta -58- regulable en altura. La boca de aspiración está colocada de modo que su parte superior se encuentre en el interior o a proximidad de la zona de absorción. Puede encontrarse por encima o por debajo del nivel de las hendiduras -46- sin que preferiblemente se encuentre a más de unos 35 cm. por debajo de la superficie de la solución en el saturador. La boca de aspiración -56- está provista de un orificio de salida -62- en su parte inferior y preferible-



mente en uno de sus lados como se ha representado. Este orificio comunica, por el conducto -64- que atraviesa la pared de la tina -12- del saturador, con el lado de baja presión de una bomba -66- de tipo de hélice. El lado de impulsión de esta bomba comunica por el conducto -68- con la parte inferior de la tina -12- del saturador. Un mecanismo conveniente, por ejemplo una válvula -69- sirve para regular la circulación por los conductos -66- y -68-. El conducto -68- comprende una sección vertical -70- unida a un orificio central de entrada -72- del fondo -16-. Inmediatamente por encima de este orificio se encuentra una placa desviadora -74- mantenida a distancia conveniente del fondo -16- por los soportes -76- de modo que se forme una abertura anular a través de la cual se inyecta la solución en la tina a lo largo de su fondo -16-. La placa -74- está curvada en su centro hacia la parte inferior en dirección de una abertura -80- situada en el eje del orificio -72-. Otras perforaciones o elementos desviadores (no representados) podrán disponerse igualmente según las necesidades, en la placa -74- o en su proximidad a fin de asegurar una distribución uniforme de la corriente de solución en la tina -12- del saturador.

La relación de forma entre la boca de aspiración -56- y la sección superior ensanchada -18- es tal, que la sección transversal entre una y otra sea sensiblemente igual a la sección transversal de la porción media -20-. La inclinación de la sección -18- debe ser superior a la unidad, es decir que los elementos de su cono deben formar con la horizontal un ángulo mayor de 45°. Se ha observado ser satisfactoria una inclinación entre aproximadamente 1,5 y 2. La curvatura formando cubeta de la boca -56- es tal que la sección transversal permanezca sensiblemente uniforme en los límites precisos tal como



se expondrá más detalladamente.

Cerca del fondo de la tina -12- del saturador se disponen un cierto número de bocas de aspiración invertidas -82- que comunican con el lado de aspiración de la bomba -84- por los conductos -86- y -88-. El lado de impulsión de la bomba -84- comunica con un cono de sedimentación -90- por medio de un conducto -92-. Puede regularse el efecto de aspiración ejercido en las bocas -82- por medio de las válvulas. El vertice -96- del cono de sedimentación -90-, comunica con un secador convenientemente estudiado, por ejemplo un filtro alimentado por arriba como puede verse en -98-. El interior de este filtro comunica con el lado de impulsión de un inyector de aire -100- a través de un recalentador -102- a fin de barrer el residuo de la filtración por medio de una corriente de aire caliente para secarlo. El lado de salida de este filtro -98- comunica con el lado de aspiración del inyector -104- por intermedio de un depósito -106- y de un colector de humedad -108-. El fondo del depósito -106- y el del colector de humedad -108- comunican respectivamente por las tuberías de salida -110- y -112- con el compartimiento de baja presión -114- del compensador de presión -116-. El lado de alta presión -118- de este compensador comunica por la bomba -120- y los conductos -122- y -124- con el cono de sedimentación -90-. Manipulando convenientemente las válvulas puede desviarse todo o parte del caudal de la bomba -120- por un conducto -130- hacia un depósito de aguas madres -132-. El cono de sedimentación -90- está provisto de un conducto rebosadero -134- que comunica con un orificio de entrada -136- situado en la sección media -18- de la tina -12- del saturador a un nivel inferior al del conducto -40-. Así pues el rebosadero se encuentra introducido en el saturador a un nivel entre las zonas de absorción y de clasifica-



ción. El residuo de la filtración retenido en el filtro -98- es vaciado por un conducto -138- sobre un transportador conveniente que lo conduce al almacenado o al ensecado.

5 La tubería del rebosadero -52- vierte en un purgador o separador de alquitrán -142-, penetra en el compartimiento -144- y desemboca cerca del fondo. El compartimiento -144- comunica con el purgador propiamente dicho por un solo punto situado a nivel superior al nivel normal del líquido. Este último se encuentra determinado por la tubería del rebosadero -146- que desemboca en el recipiente de aguas madres -132-. El líquido que puede llegar a esta tubería del rebosadero queda limitado por un tabique -148- que comunica únicamente con el fondo del líquido presente en el separador de alquitrán. Este último forma en uno de sus lados un plano inclinado -150- que se eleva hacia un conducto de evacuación -152-. El alquitrán que se acumula puede ser elevado para su evacuación a lo largo de este plano inclinado.

15 En puntos convenientes de la periferia de la cubierta -14- y preferiblemente en la sección inferior -22- de la misma se disponen una o más toberas -154- destinadas a proyectar ácido o aguas madres en el saturador así como una o más toberas -156- para la introducción de vapor, o agua caliente. Las boquillas de las toberas -156- están dispuestas y orientadas de modo que proyecten un chorro de vapor o de agua caliente sobre la parte cónica -42- del conducto -40-. Una tubería -158- penetra en el conducto rebosadero -52- por su extremo de salida que se encuentra por debajo del nivel normal del líquido en el separador de alquitrán -142-. Esto permite la introducción de ácido en este último. Una tubería -160- para la introducción de agua en este separador comunica con la tubería o conducto del rebosadero -52- en un punto



tan próximo como sea posible del orificio de entrada de este último. Las diferentes roberas -154- y -156- y las tuberías -158- y -160- permiten la adición de agua o de ácido para compensar las pérdidas de agua por evaporación y reemplazar el ácido consumido por el funcionamiento del saturador.

5

El depósito de aguas madres -132- comunica con el lado de aspiración de una bomba -162- que impele hacia el orificio -164- de admisión en el saturador -10- orificio que se encuentra preferiblemente en la cubierta -14- por debajo de la tubería -40-. La regulación de la válvula -166- permite mantener constante la salida de la solución por la tubería del rebosadero -52- a través del separador de alquitrán y su readmisión en el saturador.

10

A intervalos convenientes alrededor de la boca de aspiración -56- se encuentran las paletas -168- montadas en los soportes -54- entre dicha boca y la sección tronco cónica -42- del conducto -40-. Estas paletas están entalladas en -169- para impedir que perjudiquen el funcionamiento de las hendiduras -46-. El objeto de estas paletas consiste en disminuir la agitación de la superficie y que se produzcan efectos de remolino.

15

20

Para el funcionamiento del aparato descrito se introduce gas de coquificación en la solución del saturador a través del conducto -40- a una velocidad relacionada con la aptitud del saturador para absorber el amoníaco presente en dicho gas. En el transcurso de la absorción este amoníaco se transforma en sal amoniacal generalmente sulfato amónico. Para ello se llena la tina del saturador de una solución ácida de sal amoniacal, es decir de una solución conteniendo ácido libre y saturada o sobresaturada de sal amónica de este ácido. En el momento de puesta en marcha se hace pasar el gas tan

25

30



rápídamente como sea posible sin que se escape amoniaco en el gas purificado que sale del saturador por la tubería -28-.

5 Mientras se introduce el gas en el saturador se hace que la solución se eleve sin interrupción desde el fondo hasta un nivel próximo a la superficie de donde se retira sin interrupción por la boca de aspiración -56- y es mandada de nuevo a la parte inferior del saturador. La velocidad a la que se retira la solución por la boca de aspiración -56- y la velocidad a la que se introduce el gas se encontrarán en una relación tal que la solución no pase de la concentración a la cual se forman nuevos cristales en ausencia de germen cristalinicos y preferiblemente por motivos ya explicados, de la concentración a la que se forman nuevos cristales en presencia de germen cristalinicos. Los técnicos conocen perfectamente lo que se denominan campos inestables y metastables de sobresaturación, así como los efectos de esta última en estos campos para la formación de cristales en presencia o en ausencia de cristales preexistentes. Esta invención tiende a mantener las velocidades de entrada de gas y salida de solución de modo que la sobresaturación permanezca siempre en el campo metastable y preferiblemente a una concentración tal en este campo, que sea suficientemente débil para que a lo más se formen muy pocos cristales nuevos durante la operación.

25 Las proporciones de saturador y las velocidades de salida o circulación se encuentran en una relación tal que la velocidad de movimiento ascendente en la tina del saturador sea suficiente para mantener en suspensión los grandes cristales en la zona de cristalización y para que únicamente aquellos cuyo tamaño es menor, por ejemplo, de 0,8 mm. puedan continuar su camino en el seno de la solución en circulación.



Se verifica así una clasificación de los cristales, como se explicará más adelante, lo que permite extraer por las bocas de aspiración -82- convenientemente dispuestas, cristales del tamaño deseado.

5 Al principio de la operación, la solución con reacción ácida, presente en la tina del saturador, no está saturada ya que ha sido renovada por adición de ácido y agua. A través de esta solución se hace pasar gas de nula hasta que la misma se encuentre suficientemente sobresaturada para la forma-
10 ción de cristales. Estos cristales van creciendo por el contacto con una solución sobresaturada y se deja que vayan acumulándose en la tina del saturador hasta que la masa de cristales sea suficientemente considerable para desobresaturar la solución sobresaturada extraída de la zona de absorción y conducida hacia arriba a través de la zona de desobresaturación.
15 Pueden requerirse varias horas para que la concentración de la solución se eleve suficientemente para que se formen cristales y varias horas más para que se haya formado la capa de cristales. Transcurrido éste tiempo se pone en marcha la bomba -84-
20 y se extraen cristales más o menos a medida de la formación de nuevas cantidades de sal. La operación se continua hasta que sea necesario agotar la solución del saturador para empezar de nuevo.

25 De las aberturas de aspiración -82- por las cuales es aspirada, la solución o mezcla cristalina es enviada al cono de sedimentación -90-. De la parte inferior de éste cono se extrae una mezcla cristalina concentrada que pasa al filtro -98- alimentado por la parte superior y en el cual los cristales se separan de la solución saturada, se lavan y secan gracias al aire insuflado por intermedio del calentador -102-.
30 El filtrado que se separa por medio del aspirador -104- se reco-



5 ge en el compensador -116- y se manda de nuevo al cono -90- del cual pasa de nuevo al saturador a través del rebosadero -134-. Accionando convenientemente las válvulas -126- y -128- puede hacerse pasar la totalidad o parte del filtrado al depósito de aguas madres -132- del cual vuelve al saturador.

10 Entre tanto la solución es extraída sin interrupción del separador de alquitrán -142- y remitida de nuevo al saturador a través del depósito de aguas madres -132-. Se añade agua y ácido para desaturar la solución presente en el separador a fin de disolver los cristales de sal amoniacal arrastrados al mismo. Gracias a esta clasificación extremada producida en el saturador estos cristales son muy pequeños y en todo caso los más pequeños de la zona de saturación. La entrada del rebosadero -52- se encuentra en un punto en el cual la velocidad ascensional de la solución es casi nula. A consecuencia de ello únicamente los cristales suficientemente pequeños para ser arrastrados por corrientes de torbellino errantes y por pequeñas ondas pueden llegar a dicha entrada. Este artificio permite disolver un número máximo de gérmenes de cristalización por medio del agua de que se dispone.

15 La cantidad total de solución en el conjunto del aparato alcanza el máximo después del agotamiento de la solución, dada el agua que se añade para conseguir la desaturación. De todos modos esta agua suplementaria es eliminada por evaporación durante el funcionamiento. Esta evaporación del agua disipa el calor de reacción y regula la temperatura de la solución. Si el trabajo se prolonga durante un tiempo suficientemente largo se evapora una cantidad de agua superior a la añadida. Este suplemento de agua añadido a la que contiene el ácido (se emplea generalmente ácido sulfúrico a 60

20 6 66a Bé.), constituye la cantidad de agua disponible para ser

25

30



añadida al separador de alquitrán. En la práctica se ha observado ser conveniente añadir a dicho separador hasta 75 % del ácido. El resto se añade directamente al saturador para obtener en el mismo una regulación inmediata de la acidez.

5 Si la operación se vigila atentamente el agua madre puede ser tratada en aproximadamente la mitad del tiempo de funcionamiento, aún cuando una nueva cantidad de agua es disponible para ser añadida al separador de alquitrán. Cuando se procede al agotamiento es preciso abstenerse de desaturar la
10 solución, a menos de aproximadamente 60 % de la saturación y el título de ácido debe mantenerse entre 8 y 12 % de ácido sulfúrico. Esta graduación precisa de la proporción de agua y ácido junto a las características especiales de construcción que se indicarán, permite conservar cantidades de agua
15 a disposición para la disolución de los cristales pequeños. Puede hacerse un uso muy eficaz de esta agua evitando una desaturación excesiva en el separador de alquitrán. Por este motivo se ha observado no ser conveniente desaturar a menos de aproximadamente 80 % de saturación. El funcionamiento
20 del separador de alquitrán, se completa por el derrame periódico del alquitrán a través del conducto de evacuación
-152-.

El saturador y la instalación anexo descritos pueden estar contruidos de cualquier material inatacable por
25 los ácidos. Sin embargo se ha demostrado ser conveniente construir la tina -12- del saturador de acero inoxidable. Puede emplearse cualquier acero inoxidable resistente al ácido sulfúrico de un título igual o inferior a 18 %. Una tal construcción presenta ventajas perfectamente independientes
30 de sus eminentes condiciones de resistencia a los ácidos. Se ha observado que el pulimentado de la superficie no favorece el depósito de sal como ocurre con los revestimientos de lona



o de plomo y cada junta constituye un núcleo de formación de cristales. Así pues, mientras que con la técnica antigua era necesario agotar el saturador cada 8 o 12 horas, a fin de disolver las incrustaciones salinas, resulta posible proseguir las operaciones sin interrupción durante dos o tres días y más. Si se tiene en cuenta que un saturador debe funcionar aproximadamente durante unas tres horas después de su agotamiento antes de que comience a producir sal, se comprenderá que los saturadores conforme esta invención están en condiciones de producir sal durante más de 93 % del tiempo de su funcionamiento, mientras que el máximo en los saturadores hasta ahora conocidos, no alcanzaba a más de 75 %.

Otra ventaja de esta invención se refiere al mantenimiento del equilibrio de agua. Para evitar que el agua se acumule en el aparato a consecuencia de una adición excesiva de agua durante el agotamiento, es necesario que ésta agua adicional se evapore, durante el funcionamiento del saturador por el calor de reacción o por el calor añadido. Debiéndose evitar como indeseable la adición de calor la cuarta parte aproximadamente del tiempo se pasaba anteriormente en evaporar el agua añadida durante el agotamiento. Era pues necesario disminuir en todo lo posible la cantidad de agua añadida. Ello se conseguía aumentando el título del ácido. A esta concentración el ácido resultaba corrosivo para los aceros especiales inoxidables usuales y la producción de sal resultaba muy rápida. Por el contrario, conforme esta invención, es fácil, mantener el título del ácido por debajo de la concentración corrosiva que es de 18 % y realmente es raro que deba pasar de 8 a 12 % ya que el agua de complemento puede ser evaporada fácilmente durante el tiempo disponible. Así pues construyendo las partes del saturador que están en contacto con la solución



5 sobresaturada, por ejemplo la sección inferior -16-, la sección media -20-, la sección superior -18-, el conducto -40-, los soportes -54- y -56- de la boca de aspiración, los conductos -64- y -68-, la bomba -66-, la válvula -69-, el distribuidor -74-, las paletas -168- etc., de acero inoxidable como los aceros auténticos al cromo niquel "18-8" y los aceros ferríticos con 16 a 36 % de cromo, se obtienen ventajas tan reales como inesperadas.

10 La cubierta -14- puede estar revestida de plomo, ya que únicamente se encuentra expuesta a la corrosión por las proyecciones. En la figura 2 se demuestra como una tal construcción recubierta de plomo puede unirse con el acero inoxidable. Por -170- y -172- se indican bridas anulares que prolongan la sección inferior -22-. El revestimiento de plomo
15 se extiende hacia el exterior por encima de estas bridas, como puede verse en -176-. El conducto -40- está provisto de una brida anular saliente -178- de acero inoxidable que descansa sobre una junta anular -180- que se apoya a su vez sobre la brida -172- recubierta de plomo. Una segunda junta
20 anular -182- descansa sobre la brida -178- directamente por encima de la brida -180- y la brida -170- recubierta de plomo descansa sobre la junta -182-. Estas juntas -180- y -182- se construyen ventajosamente de plomo, caucho u otros materiales resistentes a la corrosión. Se obtiene así un montaje
25 hermético a los gases entre un elemento revestido de plomo y otro de acero inoxidable.

30 Refiriéndonos a la figura 4 en la que se representa una variante en la construcción del saturador, observamos que las diferencias esenciales consisten en la disposición del conducto -40- y de la boca de aspiración -56-. La sección inferior -44- de éste conducto -40- presenta una corona de ori-



ficios -184- que ocupa toda la periferia del mismo a un nivel comprendido en la altura de la sección inferior -44-. En la sección superior de la tina -12- del saturador, se encuentra fijo un anillo -186- que constituye una prolongación de la sección inferior del conducto -40-. Este anillo -186- que termina junto a la parte inferior de los orificios -184- se prolonga hasta la parte superior y al exterior por una sección -188- de forma tronco cónica invertida que se une con la sección superior suficientemente por encima de la parte superior del anillo -186- para evitar los ángulos agudos. El anillo -186- y la sección -188- forman un todo con la sección superior. En la parte inferior del conducto -40- y por debajo de los orificios -184- se encuentra un anillo -190- que puede ser elevado o descendido por medio de órganos reguladores de pestillos y ranuras -192-, a fin de ensanchar o estrechar los orificios -184-. Una placa anular -194- sale hacia el interior y hacia arriba a partir de la sección inferior -44-. Esta placa se encuentra situada encima de los orificios -184-. Su inclinación ascendente no pasa de 45º siendo preferiblemente inferior a 10 o 15º. Del borde interior de esta placa -194- sale con una inclinación brusca hacia arriba y hacia el exterior una sección tronco cónica -196- que se une con la sección inferior -44- del conducto -40- en -198-. La placa -194-, la sección -196- y la sección inferior -44- del conducto -40- forman un conjunto solidario. De la parte inferior de la placa -194- parten aletas radiales verticales -200- que forman canales dirigidos hacia el interior a partir de los orificios -184-. De esta manera el gas procedente del compartimiento -50- por los orificios -184- se encuentra, uniformemente repartido y obligado a pasar a lo largo de la placa -194- hasta su borde interior antes de llegar a la superficie. Esto favorece el con-



tacto íntimo entre el gas y el líquido prolongando la duración de éste contacto sin aumentar sensiblemente la diferencia de presión. De ello se deduce que en el momento de salir el gas del líquido hay un mayor equilibrio, entre gas y líquido.

5 La boca de aspiración -56^a- está dispuesta de modo que favorece todavía, en combinación con la disposición citada la eficacia del contacto entre el gas y el líquido evitando las zonas de estancamiento y los remolinos. Dicha boca presenta la forma de cono invertido dispuesto de modo que su parte superior se encuentra sensiblemente a nivel de la parte superior de la tina -12- del saturador, encontrándose su base sensiblemente a nivel de los orificios -184-. Esta boca de aspiración se encuentra sostenida en esta posición por órganos apropiados como puede apreciarse en -201-. Cerca de la parte superior de la boca se encuentra un anillo -202- sobre el cual se encuentra la compuerta -58-. El anillo -202- limita el área en la cual la solución es admitida por la boca de aspiración -56^a- y el asiento -58- determina el nivel del cual es tomada la solución. El espacio comprendido entre el anillo -202- y el borde superior -204- de la boca de aspiración -56^a- está recubierto de una placa anular solidaria de ellos. Esta placa forma una pendiente ligera hacia el centro del saturador.

25 La inclinación de la boca de aspiración -56^a- es menor que la de la sección superior de la tina -12- del saturador, de modo que el espacio comprendido entre la boca -56^a- y la sección superior se estrecha hacia la parte superior. Las inclinaciones respectivas son tales que la sección entre la boca de aspiración -56^a- y el elemento superior alcanza su máximo, superior de aproximadamente 25 % de la sección trans-



versal del elemento -20-, aproximadamente a la mitad de distancia entre la parte superior del elemento -20- y los orificios -184-. De ello se deduce que la velocidad de la corriente ascendente de la solución queda reducida al minimum en la proximidad de éste punto intermedio. Se establece así, un obstáculo a la ascensión de cristales a excepción de los excesivamente pequeños que pueden ser arrastrados incluso a ésta pequeña velocidad. Las proporciones son tales que como explicaremos, unicamente los cristales de menos de unos 0,8 mm. ascienden a la zona de absorción. La inclinación de la boca de aspiración -56^a- es igualmente tal que los elementos de su cono se encuentran con los del cono de la placa -194- en un punto situado al exterior del borde interno de la placa -194-. La boca de aspiración -56^a- tiene por efecto, dirigir la corriente de la solución hacia la parte superior en dirección de los orificios -184-. A partir de éste punto la corriente se desvía hacia el interior por efecto de la placa -194-. El gas admitido se pone así en contacto con la solución precisamente en el punto en que se produce un cambio brusco en la dirección de circulación de la solución.

El conducto rebosadero -52- está parcialmente encerrado para proteger su entrada contra los vapores y proyecciones que penetran en la cubierta -14-. El recinto está formado por una placa superior -208- que se extiende horizontalmente a partir del conducto -40- por encima de la entrada del rebosadero -52-. Paredes laterales que parten de ésta placa superior -208- se extienden por ambos lados de la entrada del rebosadero -52- hasta un nivel manifiestamente inferior al del líquido. El recinto está abierto en la parte anterior si exceptuamos la placa -212- que se prolonga hacia abajo hasta la intersección -198-.

Nos referiremos ahora a la figura 5 que representa



otra variante del aparato. Esta es semejante a la de la figura 1 y muestra como la circulación entre la boca de aspiración -56- y la base -16- de la tina del saturador, puede efectuarse por completo en el interior de ésta última. El orificio -62^a- está situado en el eje del fondo de la boca. De este orificio parte un tubo hasta un nivel ligeramente por encima del fondo -16-, formándose así una abertura anular de salida -216- análoga a la abertura anular de salida -78- de la figura 1. En el interior del tubo -214- se encuentra una hilera -218- cuyo árbol de arrastre -220- se prolonga hacia arriba a través del orificio -26- y de un cojinete -222- montado en un codo -224-, siendo accionado por el motor -226-.

La figura 6, análoga a la figura 5, representa otra nueva forma de ejecución de esta invención. Las diferencias esenciales consisten en el conducto -40- y la boca de aspiración -56-. Este conducto -40^a- desemboca en el centro del saturador en el interior de la boca de aspiración -56^b. Dicho conducto está formado por una sección superior cilíndrica -228- y por una sección inferior -230- cónica que puede estar dentada o acanalada o no. El gas llega por el codo -232- y se escapa por el orificio de salida -234-. La boca de aspiración -56^b- presenta la forma de cono invertido igual que la boca de aspiración -56^a- de la figura 4.

La figura 7 representa otra forma de ejecución de la invención. Es análoga a la de la figura 6 con la diferencia en la forma de la boca de aspiración. En lugar de una sola boca de aspiración en forma de cubeta o de cono se disponen varias de ellas -56^c-. Cada boca de aspiración, presenta la forma de cono oblicuo invertido con su base abierta -236- próxima a la periferia de la tina -12- del saturador, cerca de la superficie de la solución y paralela a la misma, mientras



5

que su vertice comunica con el conducto -214-. El gas procedente del conducto -40^a- llega pues a lamasa principal de la corriente ascendente de solución y no a la corriente descendente de la misma, como sucede en la figura 6. El árbol de arrastre -220^a- de la hélice -218- se prolonga hacia abajo a través de un cojinete -238- montado en el fondo -16- y es accionado por un motor -226^a-.

10

La figura 8 representa una variante de la forma representada en la figura 5. La disposición en este caso es tal, que la fuerza que provoca la circulación de la solución, se encuentra en el cuerpo principal del aparato y no en el conducto -220-. Ello se consigue disponiendo una o más hélices -240- en la masa principal de la solución. Estas hélices están ventajosamente situadas a un nivel intermedio entre la zona de absorción y la zona de clasificación. Puede favorecerse la acción de las hélices separando la zona de absorción de la zona de clasificación, por medio, por ejemplo, de un tabique horizontal -242-. Las hélices -240- pueden funcionar en aberturas convenientemente distanciadas en éste tabique. En estas aberturas puede disponerse un pequeño pedazo de tubo -244- de forma conveniente para reforzar la acción de la hélice.

15

20

25

30

La figura 9 representa otra nueva forma de construcción. La disposición es análoga a la de la figura 6, pero la fuerza que asegura la circulación de la solución actúa sobre ésta entre la zona de clasificación y la zona de absorción, sensiblemente como en el caso representado en la figura 8. Esta fuerza es suministrada por una o más hélices -246- que funcionan en un circuito exterior -248- accionadas por un motor -226^c-. La entrada -250- de este circuito exterior se encuentra en el interior de la tina del saturador a un nivel intermedio entre las zonas de clasificación y de sobresaturación.



La salida -252- se abre en la tina del saturador a un nivel más alto, pero por debajo de la zona de sobresaturación. Igual que en la variante de la figura 8 puede disponerse un tabique horizontal -242^a- para separar las zonas de absorción y de clasificación. Este tabique se encuentra situado entre la entrada -250- y la salida -252-. Tanto en éste caso como en el representado en la figura 8 las hélices están montadas de modo que actúen sobre soluciones cuya saturación ha disminuido al elevarse a través de la capa de cristales en la zona de clasificación, mientras que en las otras formas de ejecución las hélices actúan sobre soluciones que han sido sobresaturadas por contacto con los gases admitidos.

Se observará que en cada una de las variantes representadas la masa principal de la solución circula hacia arriba hasta alcanzar un nivel próximo a la superficie, donde se produce un cambio brusco de dirección después de lo que la solución es arrastrada a la boca de aspiración -56- y que el gas de nula es introducido a un nivel, próximo a la superficie cerca del punto de cambio de dirección de circulación de la solución. El gas es así introducido por debajo de la superficie de la solución a través de la cual asciende inmediatamente, mientras que al mismo tiempo se retira inmediatamente la solución del contacto con el gas. Una regulación conveniente de circulación o salida de la solución y de la velocidad de entrada del gas permite establecer de una manera precisa el grado de sobresaturación conseguido durante el paso del gas a través de la solución.

Otra característica común a las diversas formas de ejecución representadas es el área considerable en la que la boca de aspiración -56- arrastra solución. Así, en cada una de estas variantes la boca de aspiración -56- se vá ensanchando



de manera que cubra una notable parte, por ejemplo 25 % por lo menos, de la superficie total de la solución. De esta manera la velocidad de salida de la solución por la boca de aspiración que ventajosamente no deberá pasar de unos 120 litros por minuto y decímetro cuadrado, se mantiene suficientemente débil para que no se formen torbellinos ni otras alteraciones que perjudicarían la continuidad de la superficie de la solución. Es así posible además, eliminar casi por completo las burbujas arrastradas antes de la extracción de la solución por la boca de aspiración. En este sentido puede observarse que en las disposiciones de las figuras 1, 4, 5, 7 y 8 se encuentra todavía mejorada la eliminación de las burbujas de gas. En estas formas de ejecución el gas es introducido en la solución en igual sentido que el movimiento ascendente de ésta hacia la superficie. Las burbujas de gas arrastradas reciben así un impulso que tiende a deshacerlas en la superficie en la cámara de gas de la cubierta. Además, el punto de entrada del gas se encuentra ventajosamente alejado del orificio de la boca de aspiración lo que disminuye el peligro de arrastre de burbujas.

Otra característica común a las diversas formas de ejecución representadas reside en la disposición proporcionada de la tina del saturador, con relación a la boca de aspiración. Esta última se encuentra situada en el interior de la sección superior -18- que se ensancha hacia arriba y sus dimensiones están proporcionadas de modo que la diferencia entre las secciones transversales, es decir, el área transversal entre la boca de aspiración y la sección superior -18- no es mayor de un 50 % que el área transversal de la sección media -20-. Es conveniente dar proporciones tales a la boca de aspiración que se obtenga un cierto aumento en la diferencia de áreas transversales, sin que preferiblemente se pase de un 30 %. Proporcionando convenientemente la boca de aspiración con relación a la



sección superior ensanchada de la tina se establece a medida que la solución se eleva en la tina del saturador, una variación de velocidad tal que los cristales relativamente voluminosos quedan en la sección inferior y únicamente los cristales pequeños de menos de 0,8 mm. suben a la superficie. Además la variación de velocidad de abajo a arriba, en el saturador es sensiblemente constante de modo que a ningún nivel se produce cambio alguno brusco de velocidad. Reduciendo la diferencia de las áreas transversales en la sección superior de modo que no pase mucho del área de la sección inferior se consigue que la velocidad mínima sea todavía suficientemente elevada para arrastrar una cantidad considerable de cristales relativamente voluminosos. Al pasar a través de la hélice estos cristales se reducen a fragmentos menores. Esto proporciona la ventaja de que no se formen cristales de longitud desproporcionada a su anchura.

En todas las formas de ejecución representadas, la inclinación de los lados de la tina es superior a la unidad. Esto ofrece la ventaja de evitar que los cristales de sal se acumulen en los lados de la tina del saturador. Cuando la inclinación de las paredes del saturador es inferior a la unidad esta acumulación de sal sobre las mismas tiende a dificultar la deseada clasificación. Es pues conveniente, de acuerdo con esta invención, procurar que la inclinación sea siempre superior a la unidad y procurar en el interior de la tina de saturación, la obstrucción que pueda ser necesaria para mantener un área transversal sensiblemente uniforme en la masa ascendente de solución.

Además de la clasificación vertical descrita, se efectúa también una clasificación horizontal. Como que la solución es introducida en el saturador por el orificio anular

175265



5 -78- presenta tendencia a limpiar el fondo curvado y a ascen-
der a lo largo de las paredes de la sección media -20-. Pero
los cristales relativamente pequeños arrastrados por la solu-
ción inyectada no tienden a seguir esta trayectoria. Su pro-
gresión o avance con la solución se encuentra impedido al cho-
car con los cristales mayores que se encuentran en suspensión
de modo que en lugar de deslizarse por el fondo y lados del
saturador se encuentran arrastrados por la solución que ascien-
de más hacia el interior. Así pues, si no tenemos en cuenta
10 más que la parte de solución comprendida entre las paredes de
la tina del saturador y la prolongación vertical de la aber-
tura anular -78-, la mitad exterior contiene una cantidad de
cristales pequeños menor que la contenida en la mitad interior.
Pueden utilizarse estos fenómenos para situar las bocas de as-
15 piración -82-. Si las disponemos en dicha mitad exterior y
cerca de la periferia de la tina del saturador será posible
retirar de la solución una proporción mayor de grandes cris-
tales que a su vez presentan un tamaño más uniforme.

20 Se observará que el funcionamiento de los diversos
tipos de saturador descritos provoca una estratificación en la
masa de la solución en cuanto al contenido de la misma en sal
amoniacal disuelta. La capa superior de la solución, en la
que se introduce el gas cargado de amoníaco presenta una ri-
queza relativamente elevada en sal amoniacal disuelta. La ca-
25 pa que se encuentra en el fondo de la masa contiene así mismo
un elevado tanto por ciento de sal amoniacal disuelta a con-
secuencia del paso rápido de la solución de la parte superior
al fondo. Entre éstas dos capas se encuentra una tercera capa
de riqueza relativamente débil en sal amoniacal disuelta en
30 comparación con las otras dos, de modo que la solución ascien-
de a través de una gran concentración de cristales en la parte

175265



inferior de la masa. De ello se deduce que la solución de la
capa intermedia, presenta una cantidad de sal amoniacal disuel-
ta relativamente pequeña, cargándose de una nueva cantidad de
la misma al atravesar la capa superior. Este complemento se
5 absorbe de la solución y se deposita sobre los cristales en
suspensión en la capa inferior.

La capa intermedia separa efectivamente la zona de
clasificación de la zona de absorción y constituye una barrera
a través de la cual no pasan los cristales de más de 0,8 mm.
10 Según una forma preferida de ejecución de esta invención se au-
menta el espesor de esta capa y su efecto de separación, aumen-
tando el área transversal por encima de la zona de classifica-
ción. Por un aumento entre 5 % y 30 % aproximadamente de la
sección transversal de la corriente ascendente de la solución
15 por encima de la zona de clasificación, se produce un retraso
suficiente en la circulación para que todos los cristales a
excepción de los más pequeños, permanezcan en la zona de cla-
sificación. La capa superior corresponde a la zona de absor-
ción, así pues la capa intermedia forma una zona de separación
20 entre la zona de absorción y la zona de clasificación. Esta
estratificación en la masa de solución presenta en la tina del
saturador, permite pues efectuar la absorción y sobresaturación,
la evaporación y enfriamiento, la cristalización y reducción
de la saturación, así como la clasificación en el interior de
25 la tina del saturador.

Para obtener el rendimiento máximo es necesario cal-
cular convenientemente los diversos elementos del aparato en
cuanto a sus condiciones de funcionamiento. Cuando la absor-
ción se efectúa a plena potencia, tal como se ha dicho, es ne-
cesario extraer de la zona de absorción una cantidad de solu-
30 ción suficiente para que ésta permanezca en los límites desea-

175265



5 dos de sobresaturación. Para mantener la saturación a aproximadamente 105 % que es prácticamente la concentración máxima a la que no se forman cristales en ausencia de germen cristalin
solución por kilo de amoníaco absorbido y para mantener la
solución a una saturación de 101,5 % de saturación, que es
prácticamente la concentración máxima a la que no se forman
10 cristales en presencia de germen cristalin, es preciso extraer por lo menos 460 litros por kilo de amoníaco absorbido.
Podemos hacer notar en este punto que, prácticamente, la cantidad de amoníaco absorbido corresponde a la cantidad de amoníaco introducido. Es preciso pues que las dimensiones de la tina del saturador se encuentren en relación con la velocidad a la que se introduce el amoníaco o la velocidad a la cual se extrae solución de la zona de absorción, de modo que se obtengan en el saturador velocidades de circulación que aseguren la clasificación de los cristales.

20 En los saturados del tipo descrito en los cuales la sección transversal es uniforme en una extensión apreciable a partir de la parte inferior de la zona de absorción y preferiblemente, por lo menos, hasta mitad de la altura, es preciso que esta sección transversal éste en una cierta relación con la velocidad a la que se extrae solución de la zona de absorción. Si esta sección es demasiado grande los
25 cristales se acumulan en masa compacta en la parte inferior de la tina del saturador y no se consigue clasificación alguna. Si es demasiado pequeña se mantienen en circulación cristales exageradamente grandes. Se ha observado que se obtienen excelentes resultados tomando como sección aproximadamente 2,96 dm² por litro de solución inyectada por segundo
30 en la tina del saturador, aún cuando pueden obtenerse buenos



5 resultados dentro de los límites comprendidos entre 1 y 6 dm² por litro y segundo. En otras palabras es necesario que la circulación sea tal, que la solución sea introducida de 10 a 60 litros aproximadamente por dm² y por minuto en la parte inferior del saturador, siendo la proporción de 20 litros, la proporción óptima. Dentro de los límites así establecidos puede obtenerse una clasificación eficaz en la tina del saturador.

10 Como que el volumen de cristales presentes en la tina del saturador disminuye la sección real de paso, es conveniente operar dentro de ciertos límites previamente establecidos de concentración de cristales. Si el volumen de cristales en el saturador es demasiado bajo no se consigue obtener la velocidad de circulación necesaria para mantener en
15 suspensión los cristales grandes. Si es demasiado grande, la resistencia interna del sistema es excesiva y los grandes cristales pueden ser arrastrados en circulación en cantidades excesivas. Se ha observado que se obtienen excelentes resultados manteniendo aproximadamente 15% en peso de cristales en
20 suspensión en la tina del saturador, si bien se han obtenido resultados satisfactorios en los límites comprendidos entre 3,5 % y aproximadamente 60 %. En los saturadores descritos en los cuales la tina presenta sensiblemente igual sección en toda su altura de la parte inferior, mientras que en la parte superior que constituye menos de la mitad de la altura total de
25 la tina es mayor sin que sea superior a más de 50 % de la de la parte inferior, la concentración de cristales en la parte inferior puede ser en las condiciones óptimas de aproximadamente 26 % en peso pudiendo sin embargo variar entre 3,5 y aproximadamente 60 % y la concentración de cristales en la parte superior puede ser de aproximadamente 3,5 % pudiendo variar sin
30



embargo de 0 a 15 %.

Si bien todos los aparatos conforme esta invención pueden servir para la recuperación del amoniaco de los diversos gases que lo contienen, son especialmente convenientes para la recuperación del amoniaco contenido en el gas de nulla. Aún cuando este gas puede variar considerablemente según el proceso de coquificación seguido, se caracteriza siempre por la presencia de amoniaco y de pequeñas cantidades de impurezas como el alquitran y el naftaleno, así como gases ácidos como el CNH y SH₂. Para absorber eficazmente el amoniaco contenido en este gas es necesario mantener una concentración de ácido suficiente para impedir la precipitación de cianuros y sulfuros complejos de hierro. Se han obtenido los mejores resultados con una concentración en ácido sulfúrico entre 3 y 8 % aproximadamente, si bien pueden emplearse concentraciones superiores especialmente durante el agotamiento cuando se desatura la solución. Pueden existir concentraciones superiores, especialmente en el separador de alquitrán y en los puntos en que no se produce contacto entre la solución y el gas. Sin embargo, es conveniente mantener en la zona de absorción una concentración en ácido entre 3 y 8 % gracias en parte a la introducción directa de ácido por las toberas dispuestas para ello y en parte por la introducción de ácido en la zona de saturación por medio del separador de alquitrán. Para regular la acidez por adición directa se necesita aproximadamente 25 % del ácido disponible y el 75 % queda en disposición para ser añadido al separador de alquitrán en vista a la disolución selectiva de los cristales pequeños.

La temperatura del gas de nulla está generalmente comprendida entre 30 y 60 ° aproximadamente. Otros gases cargados de amoniaco, como en el procedimiento indirecto, se en-



5 cuentan ordinariamente a temperaturas entre 100 y 110° C. El gas puede introducirse directamente en el saturador a la temperatura ordinaria. Si se desea puede elevarse la temperatura del gas por medio de un recalentador conveniente a fin de aumentar, si es necesario y en la proporción deseada para mantener el equilibrio de agua, la cantidad de calor presente en el saturador. Sin embargo, el calor sensible del gas es tan pequeño en relación con el calor de reacción que la temperatura del gas ejerce muy poco efecto sobre la de la solución. Esta

10 depende más bien de la velocidad de reacción que es función de la proporción de alimentación del gas de nulla, de la velocidad de evaporación y de la riqueza en humedad del gas introducido. Cuando la proporción de alimentación se mantiene a su valor óptimo y la concentración de ácido entre 3 y 8 % se obtiene en estado de equilibrio gracias al cual la temperatura de

15 la solución permanece sensiblemente constante, por ejemplo entre 35 y 70° aproximadamente cuando se trata de gas de hulla y entre 105 y 115° C. para el gas de procedimiento indirecto.

20 Puede actuarse sobre la humedad del gas de nulla introduciendo vapor en el gas antes de su entrada en el saturador. Sin embargo, es preciso que el gas esté desprovisto de agua arrastrada al contrario de lo que sucede con el vapor de agua ya que las partículas de agua que pudieran encontrarse en el gas tienden a absorber amoniaco y a producir condiciones

25 desfavorables en la zona de absorción.

Es igualmente conveniente inyectar vapor saturado en la cubierta a fin de saturar del mismo el gas purificado al abandonar la superficie de la solución. Al salir de la solución el gas purificado produce una niebla arrastrando consigo

30 partículas de la solución. Si estas partículas no están en equilibrio con el gas tienden a concentrarse en el campo inesta-



ble de sobresaturación. Se deduce de ello que se formarían nuevos germenos cristalinos que serían introducidos en la solución a medida que esta niebla se condensase. Protegiendo la superficie de la solución con una capa de vapor saturado se impide que el agua se evapore de la niebla y se evita la siembra indeseable de la solución.

Se comprenderá que las partes y tantos por ciento indicados durante esta descripción, así como en la nota adjunta se refieren a peso siempre que no se indique lo contrario.

Aún cuando la invención ha sido descrita con referencia a una de sus formas especiales de ejecución se comprenderá que podrán introducirse en la misma diversas modificaciones sin apartarse de los límites de esta patente.

-----: N O T A :-----

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Aparato para extraer el amoníaco de los gases que lo contienen, caracterizado por comprender una tina de saturador con una parte inferior cuya sección transversal libre de obstáculos es sensiblemente uniforme en toda su altura y una parte superior cuya sección transversal libre de obstáculos es por lo menos igual a dicha sección inferior, no pasando aproximadamente de un 50 % de sus dimensiones, disposiciones para mantener el nivel del líquido en dicha tina y en el interior de su parte superior, una disposición para la introducción de gas, situada en esta parte superior y destinada a la introducción del gas a un nivel inferior al del líquido, una disposición para extraer líquido de ésta parte superior y una disposición para la introducción de nuevo de dicho líquido en dicha parte inferior.



2.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la sección libre de obstáculos de la parte superior excede de aproximadamente 5 a 30 % de la de la parte inferior.

5 3.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado por la disposición de órganos situados en la parte superior ensanchada del saturador y proporcionados a la misma en forma tal que la sección libre de obstáculos de esta parte superior sea por lo menos igual a la de la parte inferior sin que a pesar de todo sea superior a ella en más de 50 % aproximadamente.

10

4.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado por una disposición anular montada junto a la periferia de la parte superior para introducir el gas por debajo del nivel del líquido en este punto.

15 5.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado porque los lados de la parte superior se encuentran inclinados hacia el exterior con una inclinación superior a la unidad.

20 6.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado porque para desviar hacia el distribuidor de gas la corriente ascendente del líquido en la parte superior de la tina se encuentra una disposición que comprende, un cono invertido montado en el eje de dicha parte y cuyos lados se encuentran inclinados hacia los lados de dicha parte de modo que la sección transversal entre éste cono y ésta parte superior aumenta de abajo arriba hasta un máximo que alcanza a un nivel comprendido entre la parte superior y el nivel de la disposición distribuidora de gas.

25

30 7.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la disposición distribuidora del gas comprende una porción que sobresale hacia el interior por la cual el gas in-



troducido circula a lo largo de ella en contacto con el líquido.

5 8.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la disposición distribuidora de gas comprende múltiples conductos invertidos dispuestos radialmente a lo largo de los cuales el gas introducido circula en contacto con el líquido.

10 9.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la disposición que sirve para extraer la solución está construido de modo que ésta extracción se efectúe sobre una superficie de por lo menos 25 % aproximadamente de la del líquido.

15 10.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado por una boca de aspiración invertida montada en el interior de la tina del saturador presentando su lado abierto junto al nivel del líquido y paralela al mismo.

11.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el distribuidor de gas se encuentra situado en el interior de la boca de aspiración.

20 12.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la tina del saturador comprende una disposición para la nueva introducción del líquido extraído del centro de la parte inferior de la tina a un nivel próximo al fondo de esta última, una disposición para enviar radialmente a lo largo de este fondo cónico el líquido introducido de nuevo y una
25 disposición para extraer líquido de dicha parte inferior en un punto próximo a su fondo y más cerca de los lados de esta parte inferior que dicha disposición desviadora.

30 13.- Aparato según la reivindicación 1ª, caracterizado por comprender un elemento construido de una aleación resistente a la corrosión que presenta una brida horizontal



175265

dirigida hacia el exterior, una junta apoyada sobre dicha
brida y un elemento recubierto de plomo que comprende una bri-
da horizontal saliente hacia el exterior y que se apoye sobre
dicha junta, prolongándose el revestimiento de plomo entre
dicha brida y dicha junta.

5

14.- Aparato para extraer el amoniaco de los gases
que lo contienen.

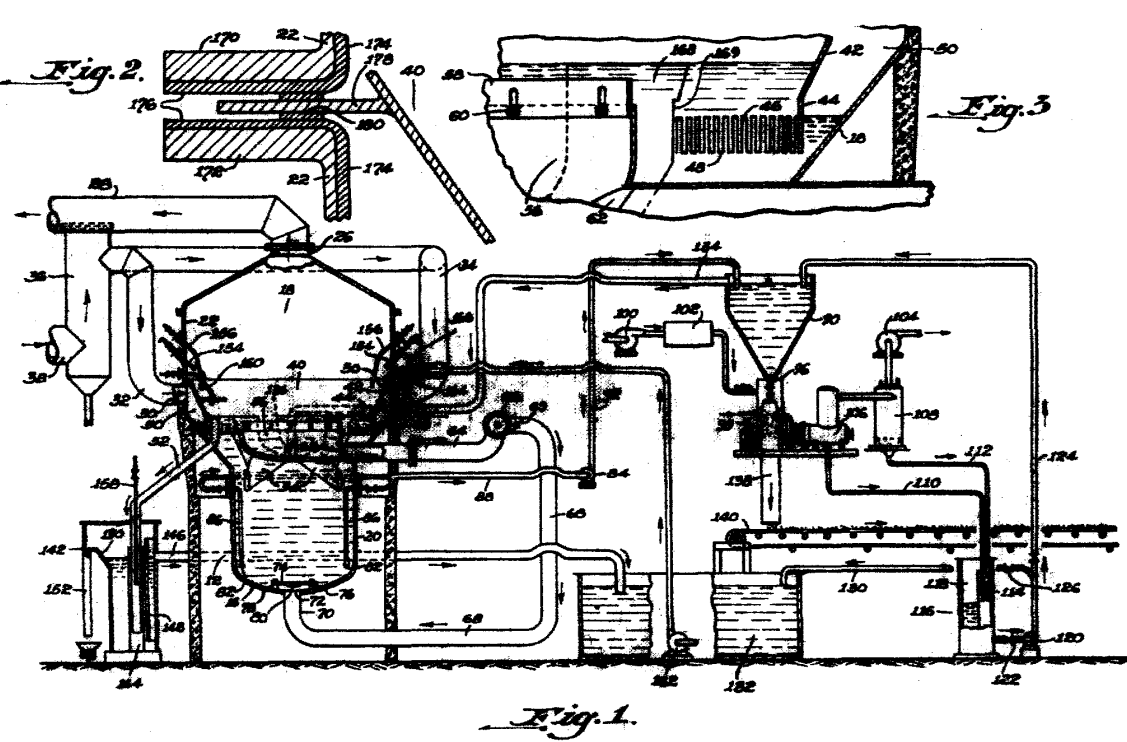
Esta memoria consta de cuarenta páginas, escritas
por una sola cara.

BARCELONA, 4 de Octubre de 1946.

P. A.



100205



P. A.
[Handwritten signature]



265

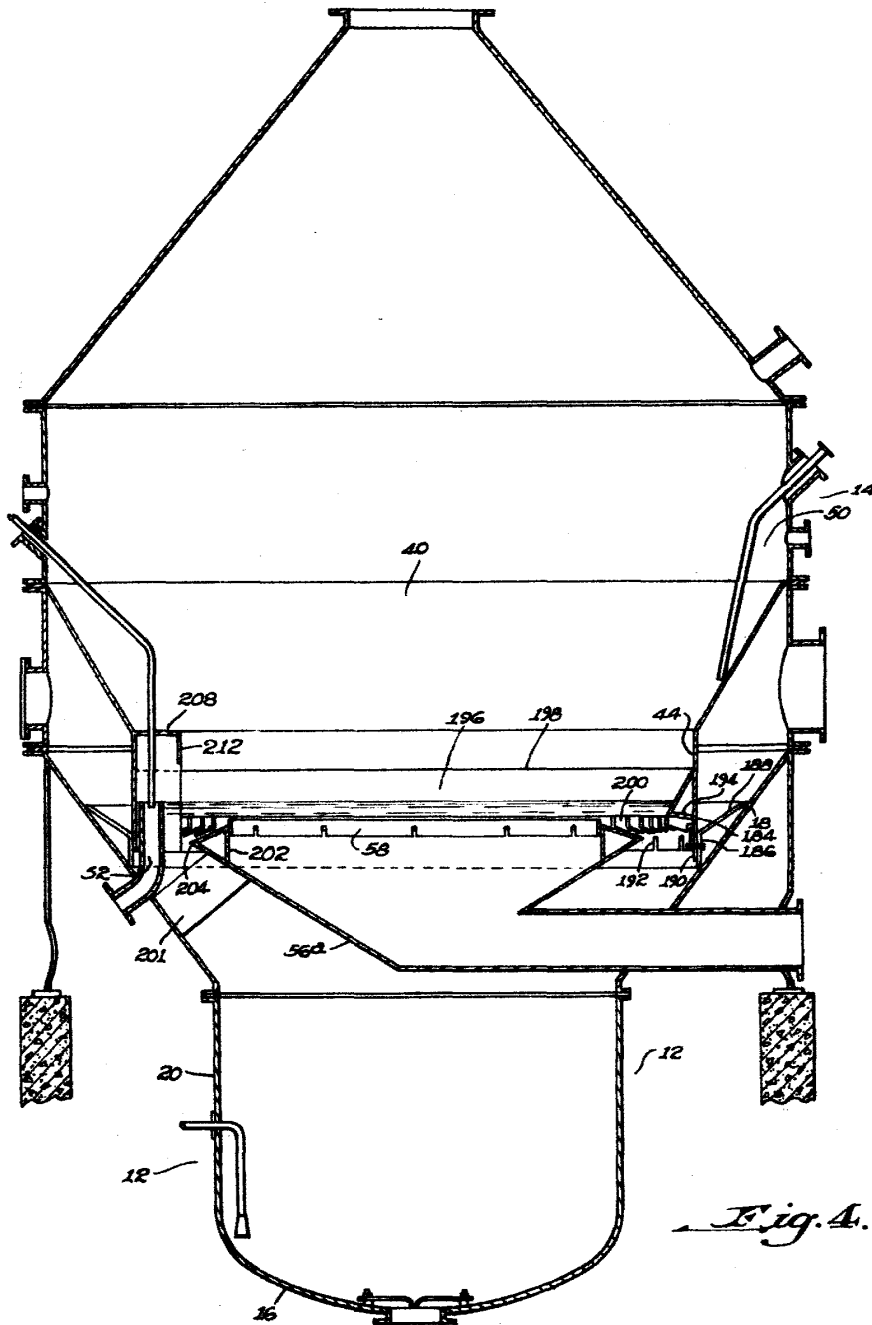


Fig. 4.

U.S.A.
[Handwritten signature]



5265

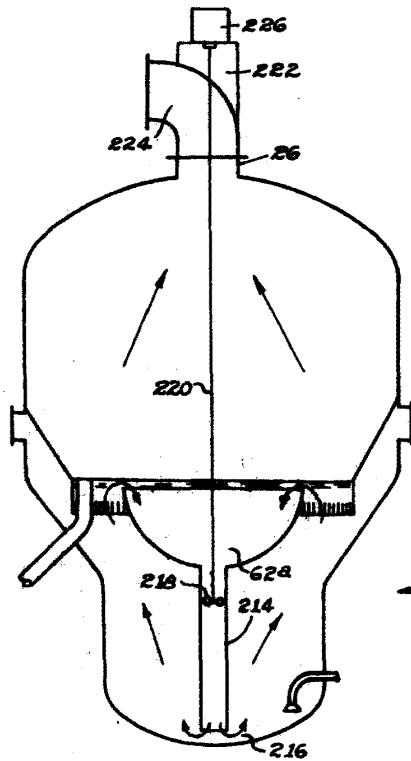


Fig. 5.

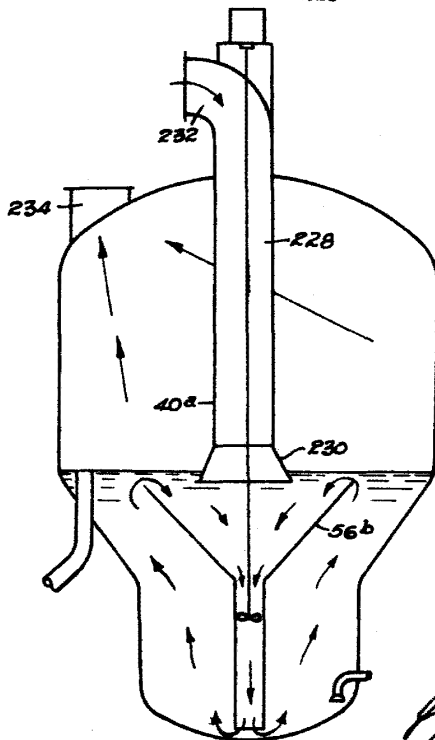


Fig. 6.

R.A.
[Handwritten signature]



178265

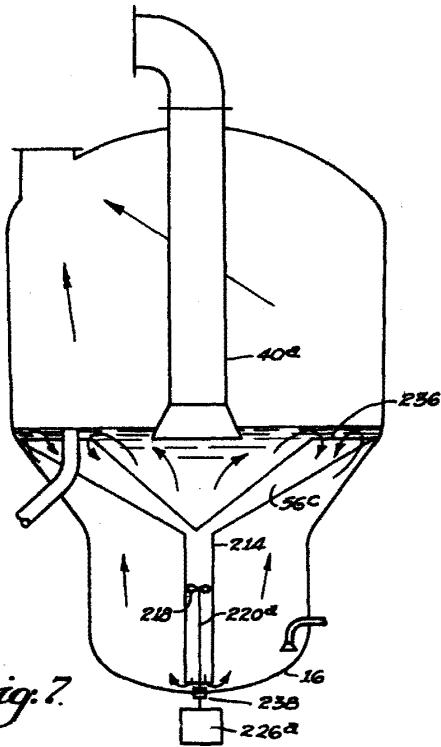


Fig. 7.

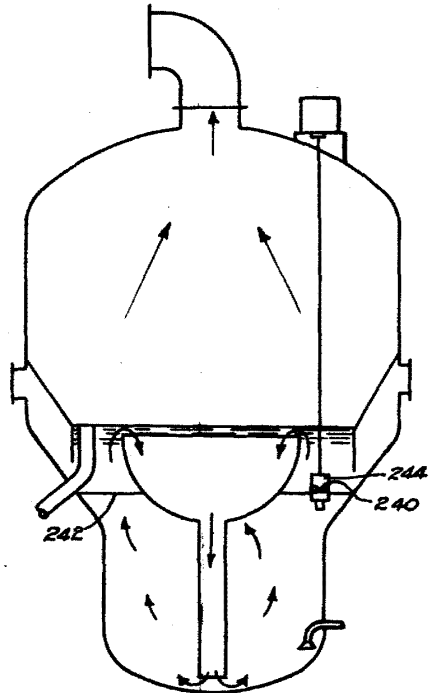


Fig. 8.

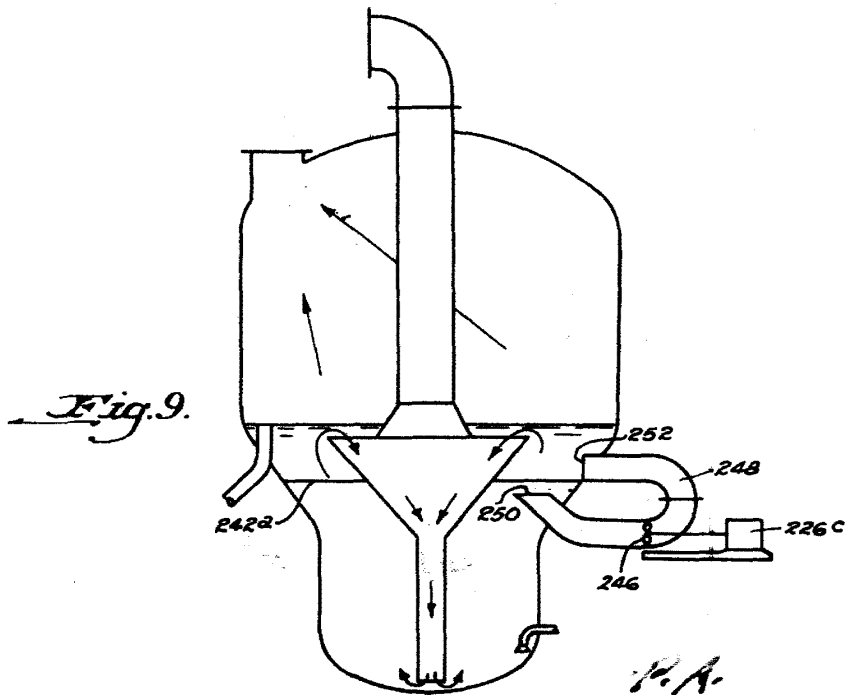


Fig. 9.

P. A.
[Handwritten signature]