

PATENTE DE INVENCION

Ludw.O.2. 16.073.

200948

200948



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de gases que contienen
"hidrógeno destinados a la síntesis".

SOLICITANTES: BADISCHE ANILIN-& SODA-FABRIK, (I.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft "In Auflösung") domiciliados en
Ludwigshafen a/Rhein, Alemania.

Para obtener hidrógeno o mezclas de gases que
contengan hidrógeno y que se destinan para síntesis a eleva-
das presiones, por ejemplo, para la síntesis de amoníaco,
partiendo de gases conteniendo óxido de carbono, se ponen
5. estos gases en reacción con vapor de agua, en presencia de
catalizadores, formando bióxido de carbono e hidrógeno, elimi-
nando a continuación el bióxido de carbono. Por razones de
economía no se transforma, en general, todo el óxido de
carbono, dejando que el gas contenga todavía algunos por
10. cientos de óxido de carbono y éste resto se elimina mediante



200948

- lavado con una solución amoniacal de carbonato de cobre, bajo la presión de la síntesis, por ejemplo a unas 250 atm., después de haber sacado, por lavado, con agua, el bióxido de carbono, a una presión de aproximadamente 25 atm. la
15. transformación del óxido de carbono se realiza en este procedimiento igualmente a esta última presión con objeto de economizar la energía de compresión para el bióxido de carbono, evitando así mayores dimensiones del necesario compensador de calor.
20. La eliminación del bióxido de carbono mediante lavado con agua tiene el inconveniente de tener que recurrir a muy grandes cantidades de agua, debido a la escasa solubilidad del bióxido de carbono, precisando por consiguiente grandes columnas de lavado, con un notable gasto de energía,
25. aun cuando parte de la misma podrá ser recuperada por medio de una turbina de agua. Además se producen pérdidas de hidrógeno por disolverse en el agua parte del hidrógeno junto con el bióxido de carbono y lo acompaña al expulsarse este bióxido de carbono, contaminándolo.
30. Por eso se ha propuesto realizar la reacción del óxido de carbono con vapor de agua a una presión a la cual ha de comprimirse el gas para someterlo, por ejemplo, a la síntesis de amoníaco, metanol o de combustibles, y separar en operación subsiguiente el bióxido de carbono del hidrógeno mediante condensación a baja temperatura, produciéndose el frío necesario por la evaporación del bióxido de carbono. Pero, también este método propuesto tiene inconvenientes. No se pueden utilizar en este caso los catalizadores de hierro que tan buen resultado dan en la reacción del
40. óxido de carbono, porque facilitan a esta elevada presión la



formación indeseable de metano. Por otra parte, los catalizadores que contienen cobre y cromo, adecuados para la elevada presión, son muy sensibles contra azufre que debe eliminarse, por tanto, con sumo cuidado.

45. Debido a la pérdida de presión en los aparatos para la reacción del óxido de carbono, es preciso comprimir el gas muy por encima de la presión de trabajo de la subsiguiente síntesis, y además es necesario elevar el bióxido de carbono contenido en el gas bruto a una presión muy elevada, resultando así una notable cantidad adicional de energía de compresión necesaria.

- Ahora bien, objeto de la presente invención forma un procedimiento, exento de estos inconvenientes, destinado a la obtención de hidrógeno o mezclas de gases que contienen hidrógeno, para la síntesis a elevada presión. De acuerdo con la presente invención se realiza la reacción del óxido de carbono con vapor de agua a presión elevada, pero que es inferior a la presión de la síntesis, y se elimina el bióxido de carbono por fases eliminando una parte del bióxido de carbono mediante condensación a las temperaturas bajas producidas por la evaporación del bióxido de carbono ya condensado, sacando el resto del bióxido de carbono, junto con impurezas sulfúricas, por medio de lavado a las mismas ^o/más bajas temperaturas con un disolvente que permanece en estado líquido bajo las condiciones reinantes de temperatura y presión.
- 60.
- 65.

- Este método de trabajo permite realizar la reacción del óxido de carbono a una presión óptima con relación a la velocidad de reacción y el gasto de energía para la compresión. Al poder prescindir del lavado con
- 70.



200948

solución amoniaca de carbonato de cobre resulta la ventaja de aprovecharse la presión final de los compresores casi enteramente para la elaboración sintética del mismo hidrógeno.

75. En concepto de disolventes para la eliminación del resto del bióxido de carbono junto con las impurezas sulfúricas han dado buen resultado, por ejemplo, alcoholes alifáticos, como metanol. Los componentes disueltos se expulsan adecuadamente mediante compensación de calor con el gas
80. inicial a elaborar, eventualmente ya puesto en reacción con vapor de agua.
- Los gases procedentes de la segunda fase de eliminación del bióxido de carbono contienen en general, aparte de óxido de carbono no transformado, todavía metano, argón
85. y otros gases inertes. Estas mezclas pueden eliminarse ventajosamente del gas ya intensamente refrigerado, bajando la temperatura aún más procediendo a un lavado con nitrógeno líquido. Con esta directa sucesión en serie de las dos fases que trabajan a baja temperatura, se reduce notablemente
90. el gasto de energía.
- La transformación del óxido de carbono, la eliminación del bióxido de carbono, así como del resto del óxido de carbono y de los gases inertes, puede realizarse a diferentes presiones ajustadas a las condiciones de
95. disolución y a las temperaturas correspondientes.
- Con objeto de reducir pérdidas de gas durante el lavado con nitrógeno líquido, se condensa antes del lavado una parte de las mezclas por medio de intercambio indirecto de frío. Adecuadamente se aprovecha también este condensado
100. para la producción de frío.



1951

El presente procedimiento ,se ilustra por medio de un dibujo esquemático en el que se representa, como ejemplo, no limitativo, la obtención de una mezcla pura de nitrógeno e hidrógeno, adecuada para la síntesis del amoniaco.

105.

El gas que se desea elaborar se lleva en el compresor 1 a una presión de 30 atm. y pasa luego a la instalación 2, solo indicada en esquema, para poner en reacción el óxido de carbono con vapor de agua. De dicha instalación

110.

2 sale una mezcla gaseosa, compuesta esencialmente de hidrógeno, nitrógeno, óxido de carbono, argón, metano y bióxido de carbono. Dicha mezcla entra en el aparato 3 en el que gran parte del contenido en bióxido de carbono de la mezcla gaseosa se condensa por refrigeración con

115.

bióxido de carbono ya separado, en estado de evaporación. La transmisión de frío se realiza en el compensador 4 por el que pasa el bióxido de carbono, procedente del aparato 3 y librado de presión en la válvula de expansión 3a. Ahora entra la mezcla gaseosa en la columna de lavado 5, rociada

120.

con metanol refrigerado hasta una temperatura de -60° C. El metanol que se acumula en el fondo de la columna, pasa, eventualmente después de su expansión en la válvula 5a, al recipiente 6, donde se expulsan los componentes disueltos en metanol, mediante calor suministrado por el aparato 6a. Y

125.

el metanol, en estado refrigerado, se carga nuevamente sobre la columna por medio de la bomba 7. La mezcla de gases, ahora exenta de bióxido de carbono, es llevada a la columna 8 con objeto de eliminar el óxido de carbono, el argón y metano, llevándose a dicha columna 8 nitrógeno líquido por la tubería 9. El nitrógeno líquido, conteniendo las

130.

200948



impurezas , se acumula en el fondo de la columna, desde donde se saca por la tubería 10. La mezcla purificada de nitrógeno-hidrógeno sale de la columna por la tubería 11. Con objeto de aprovechar el frío de las sustancias que salen de las diferentes fases del procedimiento, se ponen estas sustancias en un intercambio de temperatura con las materias que entran en dichas fases del procedimiento. De esta manera se consigue aprovechar el frío hasta la compensación a la temperatura del ambiente. Se cubren las pérdidas de frío en la instalación por medio de un circuito de refrigerante.

La instalación antes descrita se presta también para la obtención de hidrógeno puro; en este caso se sigue enfriando la mezcla de nitrógeno-hidrógeno que sale de la columna 8, por medio de nitrógeno líquido que se evapora en el vacío, condensándose el nitrógeno contenido en la mezcla gaseosa.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 22 de diciembre de 1950, nº B 13155 IVb/12 1, acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de gases que contienen hidrógeno, destinados a la síntesis"; caracterizándose por lo siguiente:



165. 1ª.- Procedimiento para la obtención de gases que contienen hidrógeno, destinados a la síntesis a elevada presión, mediante reacción de gases que contienen óxido de carbono, con vapor de agua para obtener bióxido de carbono e hidrógeno, eliminándose en operación subsiguiente el bióxido de carbono, caracterizándose porque se realiza la reacción del óxido de carbono con vapor de agua a presión elevada, pero que es inferior a la presión de la síntesis, eliminando una parte del bióxido de carbono mediante condensación a las temperaturas bajas producidas por la evaporación del bióxido de carbono ya condensado, sacando el resto del bióxido de carbono, junto con impurezas sulfúricas, por medio de un disolvente que permanece en estado líquido bajo las condiciones reinantes de temperatura y presión.
170. 2ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque con objeto de eliminar el resto de óxido de carbono así como el contenido de cuerpos inertes, se lava el gas así obtenido con nitrógeno líquido.
175. 3ª.- Procedimiento según reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque antes de proceder al lavado con nitrógeno líquido, se condensa una parte de dichos cuerpos entremezclados mediante intercambio indirecto de frío, utilizando adecuadamente también este condensado para la producción de frío.

180. 4ª.- Procedimiento según reivindicaciones 1ª - 3ª, caracterizándose porque de la solución intensamente refrigerada se expulsan los gases mediante compensación de calor con el gas inicial a elaborar y que eventualmente se ha puesto ya en reacción con vapor de agua.
- 185.
- 190.

200948



52.-Procedimiento para la obtención de gases que contienen hidrógeno, destinados a la síntesis; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

195.

Esta memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

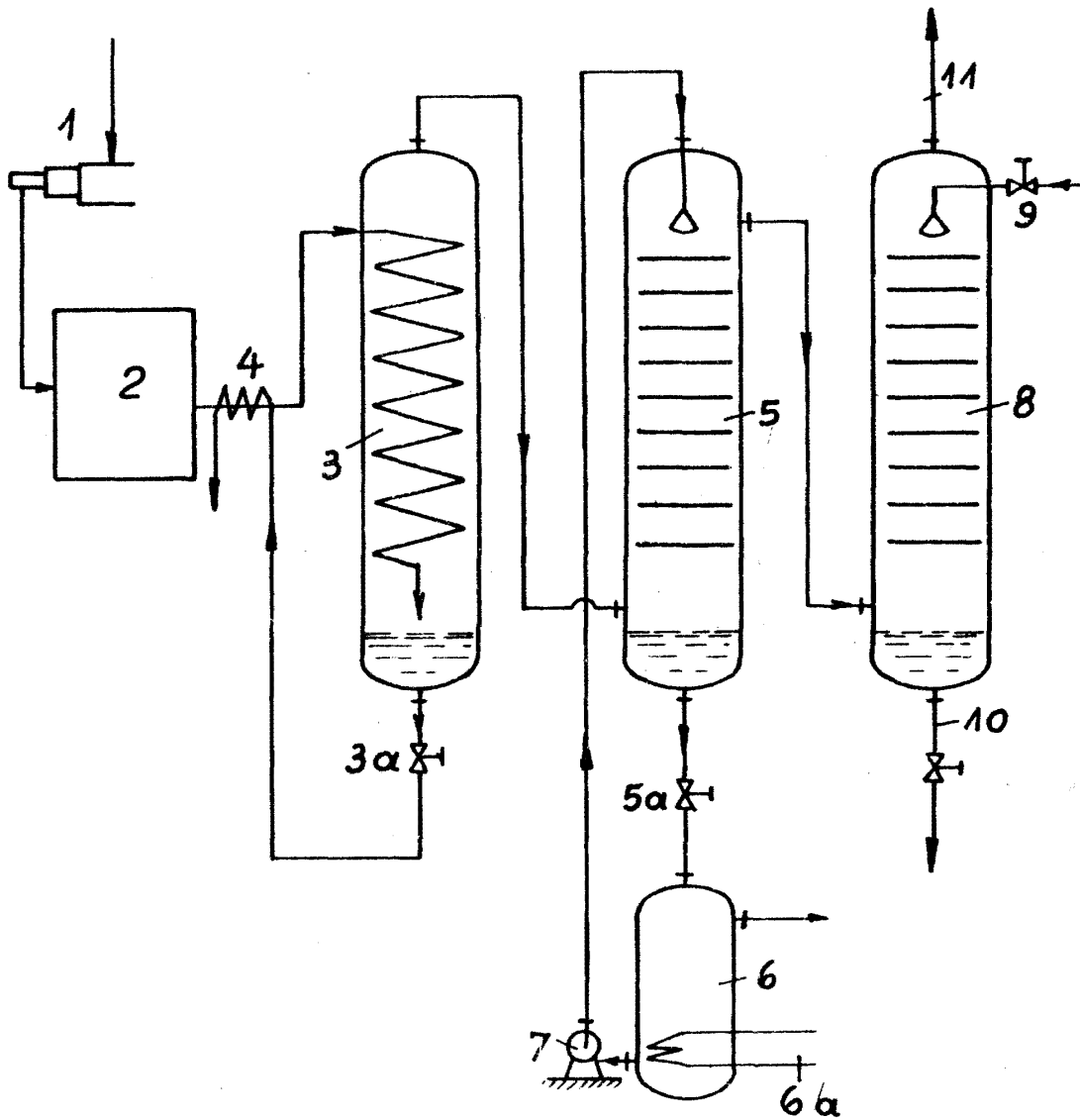
Madrid, 15 de diciembre de 1951.

RADISCHE ANILIN-& SODA-FABRIK (I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft "In Auflösung").

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODELA



200948



Madrid,

13 OCT 1954