

16 JUN 1953



PATENTE DE INVENCION

20 9693

I.C.I. Case No.10763.

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

sobre:

"Procedimiento cíclico para la obtención de bicarbonato amónico".

=====

Solicitantes : IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
entidad inglesa, residentes en Imperial
Chemical House, Millbank, Londres,
Inglaterra.

====

Este invento se refiere a un procedimiento nuevo para la fabricación de bicarbonato amónico.

- El bicarbonato amónico puede obtenerse por absorción de dióxido de carbono en una solución amoniacal,
5. mientras se enfría ésta para cristalizar el bicarbonato amónico con un cambio de temperatura muy pequeño o nulo. Aunque el dióxido de carbono se absorbe con razonable facilidad por este método, en los tubos de refrigeración se presenta una incrustación considerable y una elevada
10. caída de presión en el gas. De este modo puede hacerse



20 9693

reaccionar con el dióxido de carbono la mayor parte del amoníaco en solución.

- Se ha propuesto también preparar el bicarbonato amónico absorbiendo gas de horno de cal en una solución diluida de carbonato amónico, en torres llenas de coque y completando la carbonatación con dióxido de carbono puro y enfriando en un cristizador en el que se separa el bicarbonato amónico. En el relleno de coque se presenta la incrustación; y la absorción, el enfriamiento y la cristalización simultánea implican una elevada caída de presión para el dióxido de carbono puro, la formación de escorias o incrustaciones en los serpentines de refrigeración, y un depósito reducido de cristales.
- 15.
- 20.

- Se ha comprobado que toda la fase de absorción de dióxido de carbono en un líquido adecuado, es susceptible de separarse de la etapa de cristalización, y de este modo es posible emplear una torre de absorción de menor caída de presión y evitar gran parte de la caída de presión en el gas; además, es posible controlar la fase de cristalización en mejores condiciones, por estar separada de la etapa de absorción. Se ha comprobado también que puede enfriarse el líquido del absorbedor o torre de absorción, de tal modo que se sobresature con bicarbonato amónico, así como que la refrigeración puede llevarse a cabo sin incrustaciones, pudiéndose mejorar la cristalización. Con objeto de evitar un gas de escape o desperdicio de elevado contenido de dióxido de carbono, inherente al empleo de una torre de absorción con relleno, perdiendo con ello una gran proporción de dióxido de carbono, el líquido madre de bicarbonato
- 25.
- 30.
- 35.
- 40.

20 96 03

16 JUN



amónico ha de estar casi saturado con otro compuesto de carbonato amónico, así como de bicarbonato amónico, por ejemplo el sesquicarbonato amónico.

- El tipo corriente de aparato de absorción de baja caída de presión, es una torre con relleno, pero pueden también usarse torres con platillos de barboteo, de poco espesor de líquido, en las que la caída de presión del gas es solamente de pocos centímetros de mercurio, comparado con 1,5 á 140 kgs./cm² que es la caída de presión corriente en el tipo normal de torres de esta clase llenas de líquido.
- 45.
- 50.

- Puede usarse, como generador de bióxido de carbono, gas de hornos de cal que contengan de 35 á 40% de dióxido de carbono, dado que puede conseguirse un gas de escape o desperdicio con una proporción de dióxido de carbono inferior al 20%, en general de 10 á 15%. Si es necesario, pueden utilizarse gases de combustión y extraer de los mismos dióxido de carbono suficiente.
- 55.

- El efecto de trabajar con un líquido madre que esté además casi saturado con sesquicarbonato amónico (o una sal doble a 35°C. y más) es conseguir que la solución tenga una baja presión parcial de dióxido de carbono, ya que la relación CO₂/NH₃ es inferior que en cualesquiera otras soluciones saturadas con bicarbonato amónico. El líquido puede tener hasta 10 partes de agua por 100 partes de licor saturado con ambos sólidos, a la temperatura de separación del bicarbonato amónico.
- 60.
- 65.

- De acuerdo con este invento, por tanto, un procedimiento cíclico para la fabricación de bicarbonato amónico, comprende el absorber cantidades equimoleculares de
- 70.



16 JUN

20 9693

- de amoníaco y de dióxido de carbono en un líquido que está próximo a la saturación con bicarbonato amónico y otro compuesto o sal doble de amoníaco, dióxido de carbono y agua, tal como el sesquicarbonato amónico, el emplear una torre de absorción de baja caída de presión, el enfriar el líquido, el cristalizar el bicarbonato amónico, el separar el líquido madre del bicarbonato amónico y el retornar el líquido con el agua de corrección necesaria, para la ulterior absorción.
- 75.
80. Con preferencia, el bicarbonato amónico se separa de su licor madre a una temperatura de 30 á 35°C. aproximadamente. Luego, en este líquido se lleva a cabo la absorción de amoníaco y de dióxido de carbono, preferentemente, con adición del agua usada para lavar los gases de desecho para la recuperación del amoníaco, hasta que la temperatura asciende entre 45 y 50°C. La cantidad de gas absorbido se regula con preferencia para dar una solución saturada con bicarbonato amónico a 40°C., por ejemplo. Si se desea, puede absorberse primero parte del amoníaco y luego enfriar un poco, o puede añadirse en parte como amoníaco acuoso; por estos medios en el líquido puede disolverse más NH_3 y CO_2 sin que se presente un excesivo aumento en las presiones parciales. A continuación el líquido se enfría, bien en presencia de cristales-núcleo o de un modo que proporcione una solución supersaturada sin que se presente la incrustación en los serpentines de refrigeración. Esto es posible toda vez que las soluciones saturadas a 40-45°C. se sobresaturan fácilmente al enfriarse. La solución supersaturada, a unos
- 85.
- 90.
- 95.
100. 25-30°C., que se consigue fácilmente refrigerando con

16 JUN



209693

agua, se hace pasar al interior de una suspensión de cristales de bicarbonato amónico, en la que se desarrolla la cristalización y la temperatura asciende a unos 30-35°C. Si el grado de sobresaturación, debido a la refrigeración, llegara a ser demasiado elevado, para reducirlo, podría emplearse la re-circulación del licor cristalizador madre de una fase ulterior.

Si se desea, durante la fase de cristalización puede llevarse a cabo una refrigeración superior, después de la cual los cristales se separan por posado, filtración o centrifugado. El procedimiento, en conjunto, funciona uniformemente con un flujo continuo.

En un ejemplo, el equipo comprende una torre de absorción rellena de cock, un enfriador, una vasija de cristalización, una centrífuga y una bomba para re-circular el líquido. El líquido de partida contiene amoníaco, dióxido de carbono y agua, y puede contener también pequeñas proporciones de impurezas que se forman durante el ciclo, o agentes modificadores de los cristales tal como polifosfatos vítreos o cristalinos. Este líquido es, en gran parte, el licor madre de separación de una cantidad previa de bicarbonato amónico, y está casi saturado con bicarbonato amónico y sesquicarbonato amónico, a unos 30°C. Contiene, aproximadamente, 19% de amoníaco, 24% de dióxido de carbono y el resto, agua. El líquido se deja descender por el relleno de la torre de absorción desde el fondo de la cual se insufla gas que contiene amoníaco, dióxido de carbono, vapor de agua y gases inertes (especialmente nitrógeno). El gas de escape o desperdicio sale por la parte superior de la torre, y se lava con agua

16 JUN. 1933
20 9693



- para recuperar cuanto amoníaco contenga. Este agua proporciona la mayor parte de la necesaria para la reacción entre el NH_3 y el CO_2 , para obtener NH_4HCO_3 . Para absorber amoníaco y dióxido de carbono en proporciones equimoleculares, hasta un 20%, se hace pasar por el interior de la torre dióxido de carbono en exceso, dependiendo éste del volumen de gases inertes que abandonan la torre, y de las condiciones de absorción. El líquido que sale por la parte inferior de la torre, está más caliente que el líquido entrante, a causa del calor de absorción y, relacionado con la producción por unidad de volumen de líquido, es de 45 á 50°C. aproximadamente. Este líquido circula a través del enfriador o refrigerador en el que su temperatura se reduce a 25-27°C. y luego
135. pasa al interior de una vasija que contiene una suspensión de bicarbonato amónico, en la que se agita de 30 á 60 minutos. Esto da lugar a la cristalización del líquido sobresaturado entrante, y la temperatura se eleva a 30-35°C., después de lo cual la suspensión se centrifuga. Se obtiene bicarbonato amónico prácticamente anhidro, y el líquido madre se utiliza de nuevo como se indicó.
- 140.
- 145.
- 150.

- En la forma preferida del método anterior, el licor madre de bicarbonato amónico contiene, en peso,
155. 9 partes de amoníaco, 11,5 partes de dióxido de carbono y 26 partes de agua, por 40 m³ de líquido. Se mezcla con agua que se ha usado para lavar el gas de escape y como resultado contiene 0,04 parte de amoníaco, 0,01 parte de dióxido de carbono y 0,35 parte de agua.
160. Este líquido mezclado se introduce en el aparato de ab-

16 JUN



20 9693

- sorción donde se encuentra con una alimentación adecuada de gas o gases y absorbe 0,4 parte de amoníaco, 1,0 parte de dióxido de carbono y 0,12 parte (todas ponderales) de agua. El gas de escape del aparato de absorción, después
165. de lavarlo, contiene todos los gases inertes introducidos con el primitivo, y alrededor de 10 a 15% de dióxido de carbono en volumen, desperdiciándose así alrededor de 10 a 15% del dióxido de carbono introducido, cuando se suministra parte en forma de gas de horno de cal,
170. y parte al estado de dióxido de carbono puro. El líquido procedente del aparato de absorción, enfriado a 26°C., cristalizado y centrifugado a 30°C., proporciona 1,8 parte de bicarbonato amónico sólido con un 3% de humedad, y 40 m³ de líquido madre para nueva utilización.
175. En el procedimiento conocido, los líquidos se mantienen a unos 30°C. en todo momento y, como resultado, la suma de las presiones parciales de NH₃ y de CO₂, aumenta a 400 mm. de mercurio aproximadamente. Al conseguir las ventajas de separar las etapas de absorción, enfriamiento y cristalización, como en el procedimiento descrito,
180. la temperatura del líquido, durante la absorción de dióxido de carbono asciende a unos 50°C. El empleo de un líquido relativamente diluido y la precipitación de alrededor de la mitad del amoníaco en él disuelto, implicaría
185. líquidos con presiones parciales de CO₂ de 500 a 600 mm. de mercurio y superiores, que apenas pueden alcanzarse en una torre funcionando a la presión atmosférica, especialmente si el dióxido de carbono contiene gases inertes. Por ejemplo, con la solución preferida, la presión parcial de
190. CO₂, durante la carbonatación, asciende desde 20mm. de

16 JUN. 1952

20 9693



mercurio a 240 mm. de mercurio, a 50°C.; mientras que con una solución del tipo más diluido previsto, asciende de 30 á 360 mm. de mercurio.

N O T A

195. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que los procedimientos anteriormente indicados son susceptibles de modificación de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se
200. hace constar que el invento corresponde a una Patente presentada en Inglaterra con fecha 9 de Junio de 1952, nº 14.454/52 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento
205. y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO CICLICO PARA LA OBTENCION DE BICARBONATO AMONICO"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1ª.- Procedimiento cíclico para la obtención de bicarbonato amínoco, caracterizado porque se absorben
210. cantidades equimoleculares de amoníaco y dióxido de carbon en un líquido próximo a la saturación con bicarbonato amónico, y otro compuesto o sal doble de amoníaco dióxido de carbono y agua, tal como el sesquicarbonato amónico; el usar una torre de absorción de caída de presión reducida; el enfriar el líquido; el cristalizar el bicarbonato amónico; el separar el líquido madre del bicarbonato amónico, y el introducir de nuevo el líquido, con el agua de corrección necesaria para la nueva absorción.
- 215.
220. 2ª.- Procedimiento según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el amoníaco y

20 96 93^{16 JUN}



el dióxido de carbono se absorben hasta que la temperatura del líquido asciende desde 30-35°C. a 45-50°C., y este líquido se enfría a 25-30°C., por cuyo medio se transforma el sobresaturado con bicarbonato amónico.

225. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizado porque el bicarbonato amónico se cristaliza agitando el líquido sobresaturado con una suspensión que contiene cristales de bicarbonato amónico, sin ulterior enfriamiento.
230. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por disolverse amoníaco en el líquido, enfriarse éste y disolverse luego dióxido de carbono en el líquido citado.
235. 5ª.- Procedimiento según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el gas de escape o desecho de la torre de absorción se lava con agua y ésta se emplea como agua de corrección para el procedimiento.
240. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 5ª, caracterizado por usarse el gas de horno de cal como origen de dióxido de carbono.
- 7ª.- Procedimiento cíclico para la obtención de bicarbonato amónico; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.
- 245.

Esta memoria consta de 9 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 9 de junio de 1953

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

P.F. de J. GOMEZ ACEBO MODL