

CH/M

306217



## memoria descriptiva

CLASE DE  
REGISTRO

Una Patente de Invención, por veinte años

NOMBRE Y  
NACIONA-  
LIDAD DEL  
SOLICITANTE

Inventa A.G. für Forschung und Patentverwertung  
(sociedad suiza)

RESIDENCIA  
Y DOMICILIO

Stampfenbachstrasse 38  
Zürich (Suiza)

OBJETO

" PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE AMONIACO "

PRIORIDAD

Solicitud patente suiza Nº 2426/64, del 27 de  
Febrero de 1964.

INVENTOR

Wilhelm Deiters, de nacionalidad alemana



306217

1

5

10

15

20

25

El invento se refiere a un procedimiento para la obtención de amoniaco a partir de un gas conteniendo amoniaco, especialmente gas de horno de coque, en que el lavado de extracción se efectúa con un ácido sulfúrico, que se recupera por descomposición térmica del sulfato de amonio resultante. En ello se mezcla el gas a purificar, después de la separación del agua de amoniaco condensable, con el ácido sulfúrico regenerado a partir de sulfato de amonio y después se neutraliza con el agua de amoniaco anteriormente separada. El sulfato de amonio se suministra como solución acuosa, eventualmente después de una concentración adicional, para deshidratación y descomposición a temperaturas elevadas, a un tratamiento en fusiones disolventes de sulfatos de amonio o de álcali, de piro-sulfatos de álcali, de sulfatos de álcali y de metal o de mezclas de estas materias entre sí, que en la forma de uno o varios circuitos hacen posible el curso continuo del procedimiento, estando presente, para conseguir una separación precisa del amoniaco liberado respecto al ácido sulfúrico que debe retornarse, un sulfato de álcali que cada vez después de la participación en la reacción se vuelve a conducir continuamente dentro de una fase precedente del procedimiento, que corresponde a un grado de disociación de aproximadamente 50% del amoniaco enlazado en el sulfato de amonio utilizado.

Es conocido que el amoniaco procedente de gases conteniendo amoniaco puede lavarse en extracción con ayuda de ácido sulfúrico, obteniéndose sulfato de amonio cristalino. En ciertas circunstancias, sin embargo, los altos costes para el consumo



306217

1  
de ácido sulfúrico y las dificultades en dar salida al sulfato exigen la transformación a un método de trabajo modificado. Indudablemente la solución más favorable de este problema es cuando por descomposición del sulfato de amonio se separa el ácido sulfúrico del amoniaco y llega de nuevo el procedimiento, mientras que el amoniaco por liquefacción se lleva a la forma vendible. Fundamentalmente se propone por ello el problema de la creación de un procedimiento técnicamente utilizable para la descomposición de sulfato de amonio en amoniaco y ácido sulfúrico.

5  
10  
15  
20  
25  
Siguiendo su curso de ideas análogo se ha propuesto ejecutar el desprendimiento de amoniaco solamente hasta el grado intermedio del bisulfato de amonio y utilizar este ácido débil en solución acuosa directamente para el lavado del gas conteniendo amoniaco. La ventaja del ácido sulfúrico respecto al sulfato ácido reside en la posibilidad, en el lavado de extracción con el fuerte ión de hidrógeno del ácido, sulfúrico, por ejemplo, en contracorriente, de recoger mejor las últimas partes de amoniaco, que con el débil ión de hidrógeno de la sal ácida. Especialmente en consideración al desarrollo de un procedimiento de curso continuo debe tomarse como gran inconveniente del método de trabajo conocido que el sulfato precipitado cristalinamente tiene que centrifugarse, filtrarse, secarse e introducirse en forma sólida en el procedimiento de descomposición.

Dificultades análogas obstaculizan la ejecución continua de algunos procedimientos propuestos para la separación total del sulfato de amonio con ayuda de óxidos metá-



306217

1  
licos, como óxido de hierro, óxido de zinc y semejantes. En es-  
tos procedimientos, en cuyo transcurso los sulfatos de metal  
formados con separación de amoniaco se descomponen térmicamen-  
5 te en óxidos sulfúricos y óxido metálico, la dificultad resul-  
ta porque se está ante la elección, bien sea de transportar los  
óxidos sólidos, respectivamente los sulfatos, o bien someter  
las temperaturas de los distintos reactores durante breve pla-  
zo a fuertes oscilaciones.

10 Recientemente se viene proponiendo la reac-  
ción conocida hace tiempo entre bisulfato de amonio y sulfato  
de álcali para la ejecución de la separación total de sulfato  
de amonio. El sulfato de álcali ácido formado en ello se divide  
en camino a través del piro sulfato desprendiendo agua y óxidos  
15 sulfúricos, conduciéndose de nuevo el sulfato de álcali vuelto  
a formar en forma sólida en el procedimiento. Tampoco para es-  
te curso de reacción se ha conseguido hasta ahora crear un pro-  
ceso seguido adecuado para el funcionamiento continuo totalmen-  
te automático, ya que también se necesitan conjuntos para el  
20 transporte de la materia sólida.

Frente a ésto se ha hallado ahora que el pro-  
cedimiento de la descomposición del sulfato de amonio es amonia-  
co y ácido sulfúrico puede ejecutarse en combinación con el la-  
vado ácido de gases de coque con formación de sulfato de amonio  
25 de manera totalmente continua, cuando se hace transcurrir todo  
el procedimiento de descomposición incluyendo el retorno del sul-  
fato de álcali en medio fluyente de fusiones de sales disolven-  
tes.



306217

1

El dibujo sirve para la explicación del procedimiento según el invento.

5

10

15

20

25

El flujo ininterrumpido de la mezcla reactiva se alcanza porque por elección de la composición de la mezcla se evita una consolidación irreversible. En ello ha demostrado ser conveniente hacer posible la continuidad de todo el transcurso del procedimiento por acoplamiento de varios circuitos entre sí. De este modo puede subdividirse el procedimiento, por ejemplo, en dos circuitos. Según esto, la lejía de sulfato de amonio a regenerar, eventualmente después de condensación precedente (la) se introduce en un circuito cerrado en sí de bisulfato de amonio fundido, en cuyo primer grado (lb) se evapora el agua residual aproximadamente a 200-230°. El sulfato de amonio que permanece en solución en la segunda fase (I) con correspondiente aumento de temperatura aproximadamente a 300 - 320° se divide en bisulfato, de modo que puede refluir una fusión de bisulfato casi pura a través de (5) a la primera fase. Aún cuando el rendimiento no es del 100% el procedimiento no es afectado de ninguna manera. Como producto de separación se obtiene amoniaco seco (4). En el caso de que en la fase de evaporación (lb) por irregularidades en la conducción de temperatura lleguen partes de amoniaco ya al vapor, es posible una recuperación por enlace sobre intercambiadores de iones y subsiguiente desprendimiento de disolución con ácido sulfúrico.

Desde el primer circuito se traslada a un segundo circuito la cantidad de bisulfato de amonio correspondiente al empleo de sulfato de amonio, llegando la misma a través



19

- 5 -

306217

1  
5  
10  
15  
del conducto (6) al reactor (IIa), en que se efectúa una mezcla con la fusión (13) retornada, que en esencia se compone de los sulfatos de sodio, potasio y cobalto. La composición de esta mezcla está elegida de tal modo que pueda trasportarse fácilmente a las temperaturas de reacción requeridas. El sulfato de cobalto, que debe estar presente aproximadamente en una concentración de 50%, actúa no sólo como medio fundente, sino también como catalizador y en esta función puede sustituirse parcial o totalmente por los sulfatos de otros metales, como por ejemplo, hierro, níquel, vanadio, titanio, aluminio, magnesio o semejantes. Como componente de álcali puede emplearse cualquier participación de sulfato de potasio o de sodio, por lo menos el mismo, sin embargo, debería corresponder a la cantidad estequiométrica del sulfato de amonio a reaccionar.

20  
25  
El consumo de calor requerido en el reactor lla (temperatura por debajo de 500°), cuando no es suficiente la capacidad térmica de la fusión de sal retornada, puede cubrirse con calefacción adicional. Sin embargo, si el contenido de calor de la fusión de sulfato potásico es tan grande que en la adición inmediata de toda la cantidad resultaría una temperatura inicial demasiado alta en la fase II del procedimiento, se recomienda, por adición dosificada de la fusión caliente de sulfato de álcali al bisulfato de amonio más frío, ocasionar un ascenso constante de temperatura durante el transcurso de esta reacción, que por una parte fomenta la separación total de amoniaco, pero por otra parte impide el comienzo de la separación de ácido.

Como es conocido, la separación de amoniaco en

19



- 6 -

306217

1

el curso de la reacción de bisulfato de amonio con sulfato de álcali se fomenta por vacío o por presencia de un gas o vapor en corriente. En ello es favorable en circunstancias recalentar este gas auxiliar antes de la introducción. Como una eliminación protegida del amoniaco residual en consideración al límite próximo de temperatura de la separación de ácido es de importancia especial, se hace uso de las medidas descritas a medida de las circunstancias de la explotación. Por ejemplo, puede hacerse pasar una mezcla de gas inerte y vapor de agua a través del grupo II de reactor, haciendo seguir adicionalmente a la fase IIa atmosférica una reacción posterior en IIb con vacío débil.

15

Los gases auxiliares o vapores empleados para el apoyo de la reacción, después de la separación de los productos de disociación, con una pérdida de calor lo menor posible en forma de un circuito continuo, pueden conducirse también de nuevo dentro del reactor.

20

25

La fusión de sal liberada de amoniaco, en la que ahora además de los sulfatos del circuito, se encuentra una mezcla de bisulfato de álcali y piro sulfato, a través del conducto (11) se suministra al disociador III de ácido, en que por calefacción indirecta, por ejemplo de radiación, o por gas de combustión recalentado directamente introducido se aumenta la temperatura hasta que; con separación de óxidos de azufre (12), el bisulfato y piro sulfato se transforman en sulfato de álcali (aproximadamente 500-800°C). La fusión restante vuelve de la ma-

19



- 7 -

306217

1  
nera descrita a través del conducto (13) hacia IIa.

5  
La realización de la separación de ácido puede efectuarse de las maneras más distintas. Según la clase deseada del producto obtenido - ácido sulfúrico,  $SO_3$  u Oleum - el procedimiento puede transcurrir en seco o en presencia de un gas de combustión. En el primer caso debe suministrarse el calor requerido indirectamente, por ejemplo, con ayuda de cuerpos radiadores alimentados con electricidad. La segunda posibilidad  
10  
permite transmitir el calor directamente, por ejemplo, por un mechero dentro del recinto de reacción. Como reactor sirve una cámara de un material cerámico resistente a la corrosión en ejecución simple o subdividida, que puede estar rellena con material cerámico de distintas clases, también con cuerpos actuantes  
15  
catalíticamente, como por ejemplo, cuarzo, tierra de diatomeas, carbono activo, metales preciosos divididos finamente, óxidos de metales o semejantes. Es ventajoso que la fusión de sal esté expuesta en capa finamente fluida o en forma finamente dividida a la acción del calor.

20  
Como con grado creciente de descomposición aumenta la dificultad de la separación, es ventajoso hacer recorrer el flujo continuo de la fusión por temperaturas crecientes, de modo que las primeras cantidades de ácido de una partida se  
25  
obtienen a una temperatura baja y las últimas partes, a la máxima. Como la naturaleza y composición del gas ácido depende de la temperatura de formación, se recomienda recoger fraccionadamente los gases resultantes en diferentes zonas de temperatura, pa-



19

306217

- 8 -

1

5

10

15

20

25

ra poderlas elaborar correspondientemente. Si en el curso del procedimiento, en algún lugar del reactor se depositase sulfato de álcali, puede disolverse facilmente con ayuda de una de las fusiones y suministrarse de nuevo así al circuito.

Para una forma de ejecución especial del procedimiento sirve un conjunto en forma de "cowper" que, por ejemplo, se compone de tres reactores de funcionamiento alternativo que están provistos de material resistente a la temperatura y a la corrosión. En ello tienen lugar al mismo tiempo los siguientes procedimientos; En el Cowper I altamente calentado se descompone la fusión de bisulfato-pirosulfato, que gotea hacia abajo, consumiendo calor, en óxidos de azufre y sulfato de álcali sólido aproximadamente a 800-500°C, que se deposita. En el Cowper II se disuelve este sulfato de álcali por fusión fresca de bisulfato de amonio formando amoniaco y bisulfato de álcali, respectivamente bisulfato, aproximadamente a 450-390°. El Cowper III se lleva de nuevo por combustión directa de gas de calefacción, a la alta temperatura de disociación de aproximadamente 850°. Durante este ciclo fluye según esto el bisulfato de amonio a través del Cowper II y llega como bisulfato de álcali-pirosulfato al Cowper I, donde se precipita como sulfato de álcali. Mientras tanto se quema gas de calefacción en el Cowper III. Seguidamente se efectúa el cambio desde III hacia I, de I a II y de II a III.

Por los gases resultantes de separación se arrastran ciertas cantidades de sal como vapor o sublimado. Pueden purificarse porque se levan con una de las fusiones que se



306217

1

encuentran en el circuito. Bajo ciertas condiciones puede producirse, sin embargo, también en la corriente de gas ascendente un flujo de retroceso de fusión de sal condensada, que también ejecuta un acción lavadora purificadora. En el caso especial de los gases ácidos, la limpieza es posible porque las sales por lavado con ácido concentrado u oleum se enlazan y más tarde se separan de nuevo de manera conocida.

La participación contenida en el gas de separación ácido, de dióxido de azufre se oxida posteriormente de modo óptimo después de absorción del trióxido de azufre en ácido sulfúrico, de manera conocida por encima de un catalizador, por ejemplo, pentóxido de vanadina. En ciertos límites puede influirse a voluntad sobre la proporción de dióxido respecto a trióxido ya durante la formación por conservación de una atmósfera reductora u oxidante.

Al trabajar en atmósfera húmeda puede separarse el ácido sulfúrico producido en forma líquida, pero también puede utilizarse directamente la mezcla de vapor ácida sin enfriar. A este fin se reúne mediante un dispositivo mezclador, por ejemplo, con un orificer, (25) con el gas a purificar, después de haber sido liberado éste previamente por condensación de la cantidad principal de agua de amoníaco. Después de un tiempo de permanencia, que es suficiente para la reacción cuantitativa del amoníaco residual con los vapores sobrantes de ácido, se efectúa la neutralización completa de la mezcla de gas en la torre lavadora (28) con el condensado amoniacal, que se aporta a través del conducto (26) desde el condensador (21). Mientras

25



306217

1

el gas puro abandona la instalación a través de (29), fluye la lejía de sulfato de amonio desde la torre lavadora (28) a través de (30) hacia la evaporación (1a) desde la que, a través de (30a), la lejía concentrada, de la manera arriba descrita, llega al primer circuito de la instalación descomponedora.

5

10

15

20

25

Para la obtención de un gas seco para la liquefacción, una parte del amoniaco desde la segunda fase de descomposición (por ejemplo representada por el conducto 8) tiene que liberarse del agua, que procede parcialmente de la descomposición de bisulfato sódico y parcialmente se había añadido para fomentar la separación de amoniaco. A este fin el gas húmedo se trata con una corriente parcial del bisulfato de amonio que fluye saliendo del reactor I, recibándose el amoniaco y pasando el agua con el gas inerte conjuntamente (8a). Por ejemplo, puede lavarse el gas de amoniaco con bisulfato de amonio a temperaturas entre 150-200° en una torre lavadora (5c) a contracorriente enlazándose la cantidad principal del amoniaco. La parte principal del vapor de agua pasa por (8a) junto con los restantes gases y después de un correspondiente calentamiento puede insuflarse de nuevo como gas auxiliar en el reactor (II). De esta manera pueden recuperarse cantidades residuales de amoniaco que no fueron absorbidas en (5c). La corriente derivada cargada del bisulfato de amonio, llega a través de (5d) volviendo al primer circuito, de modo que este amoniaco secado posteriormente resulta ahora adicionalmente a través del conducto (4). El gas de amoniaco obtenido en total puede hacerse líquido para la venta.

1940



- 11 -

306217

1

La energía para todo el procedimiento puede producirse en esencia en un grupo (9) de mecheros de aceite o de gas, cuyos gases de humo calientes recorren los reactores y evaporadores en contracorriente respecto al transcurso del procedimiento (2-2d) y en ello se aprovechan con la máxima economía. En caso de necesidad pueden producirse adicionalmente temperaturas de punta por calentadores eléctricos de radiación, por ejemplo en el reactor III. Además éste puede calentarse de modo adicional directamente con un mechero especial o con una parte de los gases de humo calientes.

10

Puede influirse favorablemente sobre la temperatura de descomposición, tanto en la fase ácida, como también en la amoniacal, por la presencia de catalizadores. Por una parte, son éstos los sulfatos y óxidos de diferentes metales, que deben aplicarse con ventaja, por ejemplo, de hierro, cobalto, níquel, molibdeno, wolframio, vanadio, tantalio, titanio, aluminio, magnesio y, por otra parte, un número de materias superficie-activas como tierra de diatomeas, cuarzo, carbono activo, metales preciosos finamente divididos y semejantes. Es ventajoso el empleo simultáneo de vacío ó de gases portadores en todos los casos.

15

20

25

En consideración a las propiedades extraordinariamente corrosivas de las fusiones de sal empleadas parece aconsejable renunciar a las bombas usuales como órganos transportadores y sustituirlas por elevadores de chorro de gas, respectivamente de vapor, que han dado resultados especialmente buenos en forma de la así llamada bomba mammut.

19 NOV



306217

- 12 -

1

Ejemplo

12'125 Nm<sup>3</sup> de un gas de horno de coque con aproximadamente 10 g/Nm<sup>3</sup> de amoniaco se purifican previamente de la manera usual (20) y por condensación (21) se libera de una parte del amoniaco, resultando en ello un condensado acuoso (26) con 73 kg de amoniaco. El gas así tratado, con un contenido residual de aproximadamente 4 g/Nm<sup>3</sup> de amoniaco, se suministra a través de 22 a un orificio (25), donde se mezcla con los vapores (24) calientes, conteniendo ácido sulfúrico, procedentes de la separación de sulfato de amonio, cuya participación de dióxido de azufre de manera conocida (23) se transformó en trióxido por oxidación catalítica.

Después de un tiempo de permanencia, que es suficiente para neutralizar sin restos el amoniaco en el gas, la mezcla ácida se lava en una torre (28) con el condensado de amoniaco (26), manteniéndose un circuito de líquido tan grande que el lavado es suficientemente intenso para eliminar totalmente del gas las participaciones ácidas y alcalinas. El contenido residual de amoniaco en el gas purificado 29 importa aproximadamente 2 g en 100 Nm<sup>3</sup>.

El líquido lavador resultante con 470 kg/h de sulfato de amonio se evapora (la) casi hasta la saturación, es decir a una concentración de aproximadamente 45 - 48% y después se inyecta en un circuito de aproximadamente 5'000 kg/h de bisulfato de amonio fundido (30a), cuya temperatura y capacidad de calor son tal altas que el agua residual se evapora totalmente. En la caldera de evaporación, por aportación adicio-

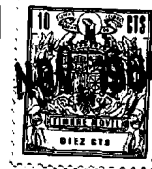


306217

1  
5  
10  
15  
20  
25

nal de calor, se mantiene una temperatura de alrededor de 200 - 230°. El sulfato de amonio disuelto en la fusión de bisulfato se transporta por ella al primer reactor (I) de descomposición (3), donde por calefacción indirecta se alcanza una temperatura de aproximadamente 300 - 320°, que es suficiente para la separación aproximadamente de la primera mitad del amoniaco = 54,9 kg/h (4a). En esta cantidad no está contenida la participación de amoniaco, que se hace retornar adicionalmente para la desecación. Después de abandonar este reactor la fusión de bisulfato de amonio se trasporta retornando (5) al evaporar Ib con un contenido residual reducido de sulfato de amonio.

Desde el circuito de bisulfato cerrado en sí, en flujo constante se traslada (6) una mezcla de 377 kg/h de bisulfato de amonio y 38 kg/h de sulfato de amonio no reaccionado para la ulterior separación en el segundo circuito. En el primer reactor IIa de este sistema, también cerrado en sí, se reúne la fusión de bisulfato de amonio con una fusión de retroceso (13) de alta temperatura procedente del último reactor III, que se compone de una mezcla de 830 kg de sulfato potásico, 184 kg de sulfato sódico y 342 kg de sulfato de cobalto. En un alcance de temperatura de aproximadamente 390 - 420° reacciona el bisulfato de amonio con el sulfato potásico en bisulfato potásico y amoniaco. Para mantener condiciones de temperatura protectoras esta reacción, o por lo menos su última fase, puede ejecutarse en un segundo recipiente IIb de reacción. Mientras escapan 63,7 kg/h de amoniaco (4b y 8) se transforma



306217

1

el sulfato potásico con temperatura creciente en medida que va en aumento con desprendimiento de agua para convertirse en piro-sulfato de potasio.

5

10

15

20

25

Desde el recipiente de vacío IIb fluye a través de II en el último reactor III una fusión que, además de una mezcla de piro-sulfato potásico y bisulfato de potasio (910 kg calculado como piro-sulfato), contiene los sulfatos de sodio y cobalto. Para conseguir la separación de ácido se incrementa más la temperatura, expulsándose las últimas participaciones de óxidos de azufre por encima de 700°. La temperatura de punta requerida que puede pasar de 800° se produce por combustión directa de gas de calefacción (2e) pudiéndose calentar previamente el gas y el aire con ayuda de calor residual. Los gases de combustión se insuflan directamente en la fusión, respectivamente se hacen pasar por encima de la película que corre. Su cantidad está dimensionada de tal modo que su contenido de agua contribuye al establecimiento de la concentración de ácido sulfúrico. La fusión 13 que se evacúa fluyendo desde este reactor, se compone en esencia de los sulfatos de potasio, sodio y cobalto. La misma llega directamente volviendo a la segunda fase IIb de amoníaco. Con ello está cerrado también este circuito. Los gases ácidos calientes (12) - en la recogida fraccionada parcialmente - se oxidan catalíticamente después según procedimientos conocidos (23) y seguidamente se utilizan directamente para la purificación de gas.

Mientras que el amoníaco de la primera fase 4a es seco y puede entrar directamente en la liquefacción, el ob-

19



- 15 -

306217

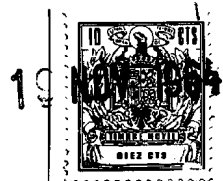
1  
tenido en la segunda o por lo menos una parte del mismo (8)., contiene todavía agua y tiene que liberarse de ella. A este fin una parte del circuito (5b) de bisulfato de amonio se conduce  
5 a través de una torre lavadora (5c), en la que fluye en contracorriente el gas húmedo de amoniaco (8). El amoniaco enlazado en ello se obtiene adicionalmente como producto seco en el primer grado I de descomposición. El amoniaco no absorbido, que escapa en la cabeza de la torre junto con gas inerte o vapor eventualmente existente (8a), puede conducirse de nuevo dentro del  
10 circuito.

N O T A

\*\*\*\*\*

15 La presente patente de invención consta de las siguientes reivindicaciones:

20 1.- Procedimiento para la obtención de amoniaco desde un gas conteniendo amoniaco, especialmente desde gas de horno de coque, por lavado de extracción con ácido sulfúrico con retorno del ácido regenerado desde el sulfato de amonio formado al proceso de lavado, caracterizado porque el gas conteniendo  
25 amoniaco, después de separación del agua de amoniaco condensable, se mezcla con el ácido sulfúrico regenerado desde el sulfato de amonio y después se neutraliza con el agua de amoniaco antes separada, en lo que el sulfato de amonio producido en ello como solución acuosa, se aporta eventualmente después de una concentración para la deshidratación y descomposición a tempera-



306217

1

turas ascendentes desde aproximadamente 200° hasta aproximadamente 800° para un tratamiento en fusiones disolventes de bisulfatos de amonio o bisulfatos de álcali, de piro-sulfatos de álcali, de sulfatos de álcali y sulfatos de metal o de mezclas de estas materias entre sí, que hacen posible un transcurso continuo del procedimiento en forma de uno o varios circuitos, estando presente para conseguir una separación precisa del amoniaco del ácido sulfúrico, un sulfato de álcali, que cada vez después de participar en la reacción, se retorna continuamente a un grado precedente del procedimiento que corresponde a un grado de separación de aproximadamente 50% del amoniaco enlazado en el sulfato de amonio empleado.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido sulfúrico obtenido en la separación del sulfato de amonio, en mezcla con gases de combustión a temperatura ordinaria o aumentada se mezcla con el gas a purificar y porque la mezcla producida ácida sulfúrica se neutraliza por lavado con el agua de amoniaco participante.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la evaporación de la lejía preconcentrada a casi 50% se efectúa en el circuito de bisulfato de amonio fundido aproximadamente a 200-230°, permaneciendo disuelto el sulfato de amonio en la fusión, y porque este sulfato de amonio por aumento de la temperatura a 300-320° se transforma en bisulfato de amonio.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque desde el circuito de bisulfato de amonio



306217

1

se traslada continuamente tanto al circuito de piro sulfato como se produce nuevo por separación de amoniaco desde el sulfato de amonio recién suministrado.

5

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la separación del amoniaco desde el bisulfato de amonio se efectúa en el último circuito en presencia de sulfato sódico, sulfato potásico o una mezcla de ambos a una temperatura de 390 - 420°.

10

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla producida en el último circuito, que contiene esencialmente bisulfato de álcali y piro sulfato de álcali, se calienta a temperaturas por encima de 500°, ventajosamente entre aproximadamente 500° y aproximadamente 800°, desarrollándose, con nueva formación de sulfato de álcali, una mezcla de ácido sulfúrico y óxidos de azufre.

15

20

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de piro sulfato en el transcurso de la separación continua de ácido recorre temperaturas crecientes en el alcance de aproximadamente 500° a 800°, extrayéndose separadamente las fracciones de ácido de distinta composición.

25

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la fusión de sal restante después de la división de piro sulfato, que contiene sulfatos de álcali y sulfato de cobalto se retorna en estado líquido al grado precedente del procedimiento.

9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque cantidades de sulfato de álcali que se



306217

1

separan en el curso de la división del piro sulfato, con ayuda de una fusión de bisulfato se vuelven a transportar retornando a uno de los grados precedentes del procedimiento.

5

10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento térmico de las fusiones se efectúa en presencia de gases, que no actúan reductoramente, que después de la separación de los productos de disociación pueden retornar al circuito en el procedimiento, produciéndose estos gases a la temperatura requerida para la disociación de modo precalentado o directamente por combustión.

10

15

11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las nieblas o los vapores de sal se eliminan desde la corriente de los gases de disociación obtenidos por lavado con una de las fusiones empleadas en el procedimiento o por producción de un flujo de retroceso en la corriente ascendente de gas.

20

12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los óxidos de azufre para la liberación de niebla o vapores de sal se lavan con ácido sulfúrico concentrado o cargado con trióxido sulfúrico.

25

13.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la participación en dióxido sulfúrico se regula a voluntad por mantenimiento de una atmósfera reductora u oxidante durante la separación de ácido o por oxidación posterior.

14.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la energía requerida para todo el proce-



306217

1

dimiento se suministra desde una cámara de combustión común, aprovechándose el contenido de calor de los gases de humo en contracorriente al trascurso del procedimiento ampliamente, en lo que a medida de la concentración deseada de ácido sulfúrico para la consecución de la temperatura de punta requerida se introduce adicionalmente un quemador o un cuerpo radiador alimentado eléctricamente de modo directo en el recinto de disociación.

10

15.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la emisión de productos gaseosos de disociación se fomenta por trabajar al vacío.

15

16.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la parte conteniendo agua del gas de amoníaco obtenido por tratamiento con la fusión de bisulfato de amonio, que se encuentra en el circuito se libera del agua y de los gases acompañantes que pueden hacerse retornar para el transporte del amoníaco recién producido en el segundo grado de disociación.

20

17.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el amoníaco arrastrado por el agua de condensado saliente se enlaza sobre intercambiadores de iones y después de la separación de disolución con ácido sulfúrico se conduce retornando al procedimiento de descomposición.

25

18.- Procedimiento según la reivindicación de la patente caracterizado porque las temperaturas de descomposición se reducen por ejemplo de catalizadores, por ejemplo, de materias superficie-activas, como tierra de diatomáceas, cuarzo,



306217

1

carbono activo o metales preciosos en forma finamente dividida, además de óxidos o sulfatos, por ejemplo, de hierro, cobalto, níquel, molibdeno, volframio, vanadio, tantalio, titanio, aluminio y magnesio.

5

19.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los grados de reacción de la separación de amoníaco y ácido del último circuito se ejecutan alternativamente en varios, por ejemplo, en tres cowpers con enrejado cerámico, en que en el primer reactor calentado altamente a 850° aproximadamente, con consumo de calor, se descompone la fusión de piro-sulfato, que afluye desde la descomposición de bisulfato de amonio, con separación de sulfato de álcali, mientras que en el segundo reactor el sulfato de álcali, a la temperatura rebajada de aproximadamente 450-390°, por reacción con fusión reciente de bisulfato de amonio, se disuelve de nuevo, llegando seguidamente la fusión formada de bisulfato-piro-sulfato al tercer cowper calentado altamente aproximadamente a 850° entre tanto por suministro directo de gases de combustión calientes, el cual después en este ciclo alternante adopta la función del primero.

10

15

20

20.- Procedimiento para la obtención de amoníaco.

Según se describe y reivindica en la presente memoria y se ilustra con los dibujos que a la misma se acompañan.

25

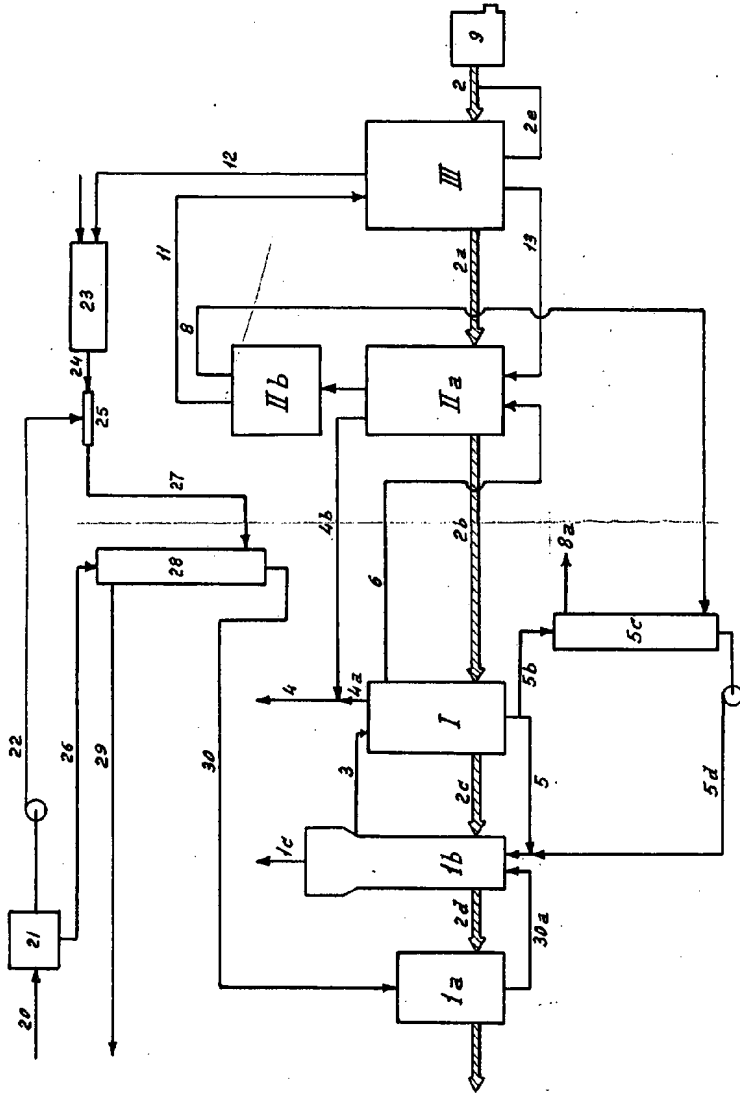
Consta esta memoria de veinte hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 19 NOV. 1964

CARLOS ROEB.  
P. F.



306217



ESCALA VARIABLE

CARLOS ROCE

P. R.