

334975

PATENTE DE INVENCION

U.S. Ser. 517.628

27 DIC. 1936



334,975

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para purificar una corriente gaseosa"

-----

*Solicitante:* CHEVRON RESEARCH COMPANY,  
entidad norteamericana, residente en  
200 Bush Street, San Francisco, California,  
EE. UU. de A.

-----

Esta Solicitud se refiere al tratamiento de vapores de amoníaco y, más especialmente, se relaciona con procedimientos para eliminar los contaminantes de impurezas de gases ácidos de las corrientes de vapor impuro constituidas principalmente

5.



-2-

por amoníaco. Más especialmente todavía, este invento se refiere al tratamiento de vapores ricos en amoníaco, impurificados con pequeñas cantidades de gases ácidos y agua, para obtener vapores de amoníaco purificados.

5.

Es conocido el lavar o depurar las corrientes que contienen uno o más de los gases ácidos, sulfuro de hidrógeno y dióxido de carbono, con soluciones amoniacaes y regenerar la solución amoniacaal para nuevo uso, por expulsión de los gases ácidos. Algunos gases ácidos han de fijarse con el amoníaco en la solución para nuevo uso, dado que los componentes no pueden separarse por completo por descarga o simple destilación, sin producir una mezcla de gas ácido y amoníaco.

10.

Cuando se lavan corrientes que contienen ya amoníaco además del gas ácido, se recogerá amoníaco de la solución amoniacaal, junto con el gas ácido. Por ejemplo, en el tratamiento de gases de hornos de coque que contengan a la vez  $H_2S$  y  $NH_3$ , con una solución amoniacaal, la solución amoniacaal resultante que contiene  $H_2S$  disuelto y una cantidad creciente de  $NH_3$ , se calienta primero para expulsar una parte principal de  $H_2S$  en forma de corriente relativamente pura, y la solución resultante se trata

15.

luego tal como por descarga o ebullición, para expulsar la cantidad neta de  $NH_3$  recogido como mezcla de  $NH_3$  con el resto del  $H_2S$  neto recogido, mezcla que contiene además agua. Análogamente, aparece  $CO_2$  como contaminante en la corriente de  $NH_3$  en los procesos de fabricación de urea, y en otros procesos

20.

de fabricación de urea, y en otros procesos

25.

de fabricación de urea, y en otros procesos

30.

de fabricación de urea, y en otros procesos



químicos, pueden hallarse presentes a la vez el  $\text{CO}_2$  y el  $\text{H}_2\text{S}$  como subproductos contaminantes en un reactivo amoniacal. En muchos casos resultará conveniente poder recuperar o separar el amoniaco en forma pura.

5.

Con el advenimiento de la utilización creciente del tratamiento mediante hidrógeno catalítico de las fracciones de petróleo, se ha podido disponer de cantidades crecientes de mezclas de sulfuro de hidrógeno, amoniaco y agua. El  $\text{H}_2\text{S}$  y  $\text{NH}_3$  se obtienen como subproductos de la hidrogenación de compuestos

10.

de azufre y nitrógeno orgánicos, que se presentan en la naturaleza, y se encuentran en la mayor parte de los aceites hidrocarburados, En un procedimiento

15.

recientemente desarrollado, una corriente de hidrocarburo que contiene  $\text{H}_2\text{S}$  y  $\text{NH}_3$ , tal como se forma al tratar un aceite mineral con hidrógeno, se depura

20.

o lava con agua formándose una solución acuosa de sulfuro o bisulfuro amónico que puede contener exceso de amoniaco, y éste y el sulfuro de hidrógeno

25.

se recuperan separadamente de la mencionada solución acuosa en el procedimiento para la recuperación del amoniaco y del  $\text{H}_2\text{S}$ , se forma una corriente rica en amoniaco en vapor, por ejemplo por vaporización de

una parte de la solución de la que se ha expulsado ya el  $\text{H}_2\text{S}$ , y condensando parcialmente los vapores

resultantes, que puede llevarse a cabo en etapas repetidas, Procediendo de este modo, es posible obtener

30.

vapores de amoniaco en un elevado estado de pureza, pero pueden presentarse problemas si la composición



de la solución acuosa y como resultado la composición de la corriente de vapor que se somete a condensación parcial, varían.

5. Cuando una corriente de vapor, en su mayor parte de amoniaco que contiene una pequeña proporción de gas ácido y agua, contiene esencialmente más agua que gas ácido, la condensación parcial de vapor puede eliminar con preferencia el gas ácido del condensado líquido resultante. Sin embargo, cuando
10. una corriente impura de vapor que comprende amoniaco principalmente, contiene alrededor de la misma cantidad de gas ácido y de agua, o más gas ácido que agua, la condensación parcial puede eliminar con preferencia el agua, dejando la mayor parte del gas ácido
15. contaminando todavía los vapores de amoniaco no condensados. Ulteriores intentos para la purificación por condensación parcial repetida, pueden dar origen a la producción de gas casi seco y la precipitación de sales sólidas de amoniaco y gas ácido,
20. obstruyendo el equipo y las tuberías. Algunos de estos problemas pueden evitarse ajustando las condiciones de temperatura y presión a que se realiza la condensación parcial, de acuerdo con las cantidades relativas de agua y de gas ácido en los vapores ricos
25. en amoniaco, pero esto puede precisar el ajuste continuo en un caso en el que la solución y/o las composiciones del vapor pueden variar como resultado de las variaciones de la composición o de la corriente que se tratan, o a causa de la imposibilidad de mantener
30. constantes otras condiciones del proceso.



- Este invento proporciona un proceso o método por el cual pueden evitarse las dificultades antes citadas para eliminar los contaminantes de gas ácido desde una corriente de vapor impuro, constituida principalmente por amoníaco, a fin de obtener una corriente de vapor purificado que comprende especialmente amoníaco que no contiene más que una concentración fija y pequeña de gas ácido a pesar de las variaciones en las cantidades relativas de gas ácido y/o agua en la corriente de vapor impuro.
- 5.
- 10.

- Es conveniente producir una corriente de vapor purificado que comprenda principalmente amoníaco que no contenga más que una pequeña concentración fija de gas ácido, toda vez que resulta económico eliminar las pequeñas trazas de gas ácido cuando se desea un amoníaco producto altamente puro, mediante el lavado o depurado con un producto cáustico. El amoníaco es sorprendentemente soluble en cáustico diluido y consiguientemente, es conveniente utilizar una solución concentrada de sosa cáustica para el lavado.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- El empleo de una solución concentrada de sosa cáustica, es también conveniente para evitar el aumento indebido del contenido de agua del amoníaco purificado producto, y por la misma razón, es conveniente emplear una temperatura reducida en la depuración por cáustico. Además, la solubilidad del amoníaco en la sosa cáustica, aumenta con la temperatura. En las condiciones de empleo, una solución concentrada de sosa cáustica a baja temperatura constituye un peligro de que la sal de metal alcalino resultante



del gas ácido, se solidifique o precipite de la solución cáustica, obstruyendo así el equipo. Este problema se evita fácilmente si el contenido de gas ácido de los vapores de amoníaco sometidos a tratamiento, permanece constante y pequeño de tal modo que pueda seguirse fácilmente el ritmo de utilización de la solución cáustica. El problema se presenta cuando la cantidad de gas ácido que es necesario eliminar de la corriente de vapor por medio del cáustico, varía de tiempo en tiempo, especialmente si puede aumentar periódicamente, prácticamente por encima de la concentración para la que se proyectó la instalación.

Este invento proporciona un procedimiento para eliminar un contaminante de gas ácido de una corriente de vapor impuro en su mayor parte amoníaco, que contenga cantidades pequeñas y variables de gas ácido y agua, para producir una corriente de vapor purificado que comprenda en su mayor parte amoníaco sin contener más que una pequeña concentración fija de gas ácido y una pequeña cantidad variable de agua. De acuerdo con este invento, la corriente de vapor impuro se hace pasar al interior de un contactor en el que se lava o depura a temperatura reducida y a presión superatmosférica, con una solución concentrada de agua amoniacal preparada por flash de amoníaco líquido suministrado a presiones más elevadas en dicho contactor, a un ritmo regulado para mantener prácticamente constante la baja temperatura, y añadiendo agua en el contactor a un ritmo regulado para mantener una relación molar prácticamente constante



- y elevada de amoniaco a gas ácido en la solución resultante. Una corriente de vapor purificado, que comprende principalmente amoniaco que contiene una pequeña concentración fija de gas ácido y una pequeña cantidad variable de agua, se retira del contactor a un ritmo regulado para mantener prácticamente constante la presión superatmosférica en dicho contactor, y se extrae separadamente del contactor una parte de la solución que contenga gas ácido retirado de la corriente de vapor impuro.
- 5.
- 10.

- La relación molar de amoniaco a gas ácido en la solución, se mantiene suficientemente elevada y constante para que la contribución de la presión del vapor del gas ácido sea despreciable comparada con la contribución de la presión del vapor del amoniaco y el agua a la temperatura y presión utilizadas. El empleo de la regulación del ritmo de adición de agua para controlar la relación de amoniaco a gas ácido en la solución concentrada de agua amoniacal es posible solamente si existe bastante amoniaco presente, y la presión y la temperatura se regulan constantes. El empleo del flash de amoniaco añadido suministrado a una presión más elevada para controlar la temperatura, por el efecto de refrigeración del autoenfriamiento del amoniaco añadido, asegura la existencia de amoniaco bastante, presente en el sistema. Controlando la presión mediante la regulación del ritmo de extracción de vapores purificados, proporciona la certeza de que no se añade demasiada agua. O sea, el agua separa amoniaco del vapor, y si la presión no
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



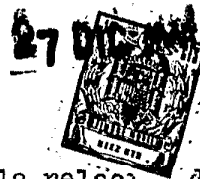
se controlara, la relación deseada de amoniaco a gas ácido, podría realizarse en la solución, pero podría dar por resultado una solución amoniacal acuosa, demasiado diluida.

5. Los contaminantes de gas ácido, que pueden separarse de las corrientes de vapor de amoniaco impuro, en el proceso de este invento incluyen sulfuro de hidrógeno y dióxido de carbono. La corriente de vapor impuro puede contener uno de estos gases ácidos o ambos. La corriente de vapor tratada ha de estar constituida desde luego en su mayor parte por amoniaco, más especialmente debe contener más del 80% de amoniaco y más convenientemente aún de tener como mínimo el 90% o más de amoniaco. El procedimiento no funciona del modo descrito si la corriente de vapor impuro está constituida principalmente por agua o gas ácido, y sus ventajas se pierden si la corriente de vapor contiene demasiada agua o exceso de gas ácido. El gas ácido y el agua han de hallarse presente solamente en cantidades pequeñas y variables; menos del 10% de gas ácido y menos del 10% de agua, y se consiguen los mayores beneficios al tratar vapores de  $\text{NH}_3$  que contengan menos del 5% de gas ácido. Las referencias a las cantidades y porcentajes relativos de componentes anteriores y siguientes, son con respecto a la base molar salvo advertencia en contrario.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

30. El contactor en el que la corriente de vapor impuro se pone en contacto en una solución concentrada de agua y amoniaco, puede comprender cualquier dispositivo adecuado para llevar a cabo el in-



- timo contacto entre el líquido y el vapor. Muy adecuadamente, la solución se hace circular continuamente al interior y al exterior del contacto con vapor de flujo ascendente en un recipiente equipado con relleno u otros dispositivos de distribución de vapor-líquido, tales como bandejas o placas de desviación. Para el uso más efectivo del procedimiento de este invento, se precisa una íntima aproximación al equilibrio entre el vapor y el líquido.
- 5.
10. El contacto se realiza a una temperatura baja prácticamente constante, que no debe estar demasiado cerca del punto de congelación de la solución, y no ha de ser suficientemente elevada para inducir una presión de vapor apreciable del gas ácido. Las condiciones de temperatura adecuadas, incluyen temperaturas de -17,8 a 37,8°C. En correspondencia con la temperatura baja, se mantiene una presión superatmosférica prácticamente constante, que corresponde estrechamente a la atribuible solamente a las presiones de vapor de amoníaco y agua a la temperatura. Las presiones adecuadas, incluyen las del orden de 0,07 a 10,5 kg/cm<sup>2</sup>.
- 15.
- 20.
25. La solución concentrada de agua amoniacal utilizada para el lavado o depurado, contiene amoníaco combinado con el gas ácido absorbido y además amoníaco libre adicional suficiente para saturarse a las condiciones de temperatura y presión. La solución ha de contener, por lo menos, tanto amoníaco como agua. En la aplicación práctica de este invento, la relación de amoníaco a agua en la solución
- 30.



acuosa será inferior o igual a la relación de amoniac a agua en la corriente de vapor impuro que se trate.

- La solución concentrada de agua y amoniaco se forma por amoniaco y agua condensados desde la corriente de vapor impuro y también sulfuro de hidrógeno retirado de la misma, por amoniaco líquido suministrado a una presión más elevada y flash en la zona de contacto a una presión más elevada, para llevar a cabo la refrigeración precisa por auto-enfriamiento a fin de mantener la temperatura prácticamente constante, y por la adición de agua al ritmo regulado para mantener una relación molar elevada prácticamente constante de amoniaco a gas ácido en la solución.
5. En general, la relación molar de amoniaco a gas ácido mantenida en la solución ha de ser superior a 5/1, por lo menos de 20 a 1 cuando se desea recuperar una corriente de vapor de amoniaco purificado que contenga menos de 1000 unidades de peso por millón de gas ácido. Por ejemplo, cuando el gas ácido es sulfuro de hidrógeno, puede utilizarse una relación molar de  $\text{NH}_3$  a  $\text{H}_2\text{S}$  ligeramente superior a 30/1 para producir una corriente de vapor de amoniaco purificado que contenga menos de 100 partes por millón de  $\text{H}_2\text{S}$  por peso basado en el  $\text{NH}_3$  en una base seca, a una temperatura de unos  $7,2^\circ\text{C}$ , y una presión de unos  $3,15 \text{ kg/cm}^2$ . A temperaturas más elevadas y a presiones inferiores, se precisan relaciones más amplias.
10. 15. 20. 25.

La corriente de vapor purificado recuperada, comprende principalmente amoniaco purificado

30.



con respecto a la contaminación de gas ácido. El vapor puede contener cantidades pequeñas y variables de agua, pero ésta se retira fácilmente por ejemplo por re-destilación o por compresión y condensación

5. parcial, si se desea obtener una corriente de vapor de amoniaco anhidro.

El gas ácido no puede separarse por completo del amoniaco en un sentido absoluto, por el procedimiento de este invento, y la concentración

10. del gas ácido, en el amoniaco puede reducirse a menos de los niveles mínimos de detección. Corrientemente, cuando el contaminante es  $H_2S$ , resulta satisfactorio obtener una corriente de amoniaco purificado que contenga una concentración pequeña y fija de sulfuro de

15. hidrógeno de menos de 1000 partes en peso, por millón. El procedimiento resulta especialmente útil cuando se desea un producto muy puro, para producir  $NH_3$  que no contenga más de 100 partes en peso por millón de  $H_2S$  sobre una base seca, de vapores que contengan por encima de 0,1 unidad de peso por ciento de  $H_2S$ .

20. Como se indicó la corriente de vapor de amoniaco purificado contendrá una cantidad pequeña y variable de agua, que corrientemente será inferior al 2% pero puede exceder del 3% incluso a condiciones de trabajo preferidas, pero generalmente será inferior al 5% a menos que el procedimiento se haga funcionar intencionalmente para obtener un producto de amoniaco húmedo.

30. Una parte de la solución de agua amoniacal

- que contenga el gas ácido retirado de la corriente de vapor impuro, ha de retirarse de la zona de contacto para mantener un equilibrio material, pero esta extracción puede ser periódica o continua. Es conveniente mantener una existencia apreciable de solución de agua amoniacal en la zona de contacto, especialmente cuando se emplea un contactor de reflujo del tipo de circulación y dicha existencia puede permitirse variar al extraer solución con más o menos rapidez.
- 5.
- 10.
- Con referencia al dibujo adjunto, se representa en él esquemáticamente un diagrama de circulación adecuada y una disposición del equipo susceptible de emplearse para la aplicación práctica del procedimiento de este invento.
- 15.
- Como se representa en el dibujo, una corriente de vapor impuro, en su mayor parte amoniacal que contiene pequeñas cantidades variables de gas ácido y agua en la tubería 13, se forma por la combinación de otras corrientes de vapor de amoniacal impuro en las líneas 11 y 12. El vapor se hace pasar al contactor 14 que, adecuadamente, contiene una capa de relleno o bandejas de distribución de líquido por encima del punto de inyección del vapor, y este se pone en contacto en contra-corriente, mientras asciende a través de la zona 14 con una solución de agua amoniacal concentrada introducida por encima del material de relleno a través de la tubería 15. La solución concentrada de agua amoniacal elimina gas ácido de los vapores ascendentes, de tal modo que se
- 20.
- 25.
- 30.

27 DIC



-13-

- obtiene, en la tubería 16, una corriente de vapor purificado que comprende en su mayor parte amoníaco que contiene una pequeña concentración fija de gas ácido y una pequeña cantidad variable de agua. La solución de agua amoniacal que contiene gas ácido retirado del vapor, se elimina de la parte inferior del contactor 14 por la tubería 17 y se hace retroceder de nuevo a la tubería 15 por la bomba 18.
5. La solución concentrada de agua amoniacal empleada para el contacto, está constituida en parte por una mezcla de amoníaco líquido y vaporizado inyectada por la tubería 19 a la temperatura reducida, conseguida por flash de amoníaco líquido suministrado a una presión más elevada, a través de la válvula 20. Como se indica, el ritmo de circulación a través de esta válvula se regula de acuerdo con la temperatura deseablemente conservada constante en el contactor, representado por TC como medida en la tubería de vapor 16.
10. La solución concentrada de agua amoniacal se forma también, en parte, del agua inyectada a través de la tubería 21 en el contactor 14 a un ritmo regulado por la válvula 22, para mantener una relación elevada y prácticamente constante de amoníaco-gas ácido en la solución. Una parte de la solución de agua amoniacal concentrada que contiene gas ácido abida del vapor, se retira por la tubería 23, y una muestra de la misma puede derivarse por la válvula 24' de la tubería de muestras 24 para el análisis,
15. a fin de determinar la relación de amoníaco a gas
- 20.
- 25.
- 30.



- ácido, en la misma. El servicio analítico se indica por el rectángulo SA, que puede comprender un laboratorio de análisis realizado en muestras periódicamente obtenidas, o puede ser un analizador continuo de corriente, en el que las cantidades de amoníaco y de gas ácido se determinan por titulación continua u otro modo conocido. Automática o manualmente, en respuesta a la relación medida, el ajuste de la válvula 22 se lleva a cabo como se indica por FC. La válvula se abre para aumentar la relación de adición de agua, si la relación de amoníaco a gas ácido indicada en la muestra, es inferior a la elevada relación prácticamente constante, deseada.
5. Procediendo de este modo, es posible obtener en la tubería 16 de vapor, una corriente de vapor purificado en su mayor parte constituida por amoníaco que contenga una pequeña concentración fija de gas ácido y una pequeña cantidad variable de agua. La concentración de gas ácido puede ser suficientemente reducida de tal modo que este gas pueda extraerse por la tubería 25 abriendo la válvula 26, para las facilidades de compresión del amoníaco que se describen más adelante. Frecuentemente, se desea eliminar virtualmente por completo la pequeña cantidad restante de gas ácido, para obtener amoníaco que no contenga esencialmente nada de contaminante. En este caso, la corriente de vapor de amoníaco purificado se hace pasar, por la tubería 27, a la zona de contacto 28, en la que se lava con una solución concentrada de cáustico introducida por la conduc-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- ción 19. El cáustico recoge la pequeña cantidad de gas ácido, se extrae del fondo del contactor 28 por la tubería 31, y puede hacerse circular nuevamente en la tubería 29 por medio de la bomba 32. Un cálculo de cáustico parcialmente gastado, se mantiene en el sistema y la cantidad de cáustico consumido, de extracción necesaria para eliminar el gas ácido retirado, puede extraerse intermitente o continuamente por la tubería 33. Por la tubería 34 se añade intermitente ó continuamente una cantidad correspondiente de cáustico nuevo. Los vapores de amoniaco purificado así obtenidos en la tubería 30, no contendrán gas ácido pero pueden contener una concentración aumentada de agua, en comparación con el vapor de la tubería 16, según las condiciones empleadas en el cáustico de contacto. Como antes se indicó, es conveniente utilizar una temperatura lo más baja posible en el contacto con el cáustico, para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco en la solución de cáustico, y también el agua recogida por los vapores de amoniaco compatibles ambas cantidades con la evitación de la formación de sólidos. Análogamente, es conveniente utilizar una presión reducida para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco, y esto puede equilibrarse con respecto a la labor de compresión precisa.
5. cálculo de cáustico parcialmente gastado, se mantiene en el sistema y la cantidad de cáustico consumido, de extracción necesaria para eliminar el gas ácido retirado, puede extraerse intermitente o continuamente por la tubería 33. Por la tubería 34 se añade intermitente ó continuamente una cantidad correspondiente de cáustico nuevo. Los vapores de amoniaco purificado así obtenidos en la tubería 30, no contendrán gas ácido pero pueden contener una concentración aumentada de agua, en comparación con el vapor de la tubería 16, según las condiciones empleadas en el cáustico de contacto. Como antes se indicó, es conveniente utilizar una temperatura lo más baja posible en el contacto con el cáustico, para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco en la solución de cáustico, y también el agua recogida por los vapores de amoniaco compatibles ambas cantidades con la evitación de la formación de sólidos. Análogamente, es conveniente utilizar una presión reducida para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco, y esto puede equilibrarse con respecto a la labor de compresión precisa.
10. cálculo de cáustico parcialmente gastado, se mantiene en el sistema y la cantidad de cáustico consumido, de extracción necesaria para eliminar el gas ácido retirado, puede extraerse intermitente o continuamente por la tubería 33. Por la tubería 34 se añade intermitente ó continuamente una cantidad correspondiente de cáustico nuevo. Los vapores de amoniaco purificado así obtenidos en la tubería 30, no contendrán gas ácido pero pueden contener una concentración aumentada de agua, en comparación con el vapor de la tubería 16, según las condiciones empleadas en el cáustico de contacto. Como antes se indicó, es conveniente utilizar una temperatura lo más baja posible en el contacto con el cáustico, para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco en la solución de cáustico, y también el agua recogida por los vapores de amoniaco compatibles ambas cantidades con la evitación de la formación de sólidos. Análogamente, es conveniente utilizar una presión reducida para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco, y esto puede equilibrarse con respecto a la labor de compresión precisa.
15. cálculo de cáustico parcialmente gastado, se mantiene en el sistema y la cantidad de cáustico consumido, de extracción necesaria para eliminar el gas ácido retirado, puede extraerse intermitente o continuamente por la tubería 33. Por la tubería 34 se añade intermitente ó continuamente una cantidad correspondiente de cáustico nuevo. Los vapores de amoniaco purificado así obtenidos en la tubería 30, no contendrán gas ácido pero pueden contener una concentración aumentada de agua, en comparación con el vapor de la tubería 16, según las condiciones empleadas en el cáustico de contacto. Como antes se indicó, es conveniente utilizar una temperatura lo más baja posible en el contacto con el cáustico, para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco en la solución de cáustico, y también el agua recogida por los vapores de amoniaco compatibles ambas cantidades con la evitación de la formación de sólidos. Análogamente, es conveniente utilizar una presión reducida para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco, y esto puede equilibrarse con respecto a la labor de compresión precisa.
20. cálculo de cáustico parcialmente gastado, se mantiene en el sistema y la cantidad de cáustico consumido, de extracción necesaria para eliminar el gas ácido retirado, puede extraerse intermitente o continuamente por la tubería 33. Por la tubería 34 se añade intermitente ó continuamente una cantidad correspondiente de cáustico nuevo. Los vapores de amoniaco purificado así obtenidos en la tubería 30, no contendrán gas ácido pero pueden contener una concentración aumentada de agua, en comparación con el vapor de la tubería 16, según las condiciones empleadas en el cáustico de contacto. Como antes se indicó, es conveniente utilizar una temperatura lo más baja posible en el contacto con el cáustico, para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco en la solución de cáustico, y también el agua recogida por los vapores de amoniaco compatibles ambas cantidades con la evitación de la formación de sólidos. Análogamente, es conveniente utilizar una presión reducida para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco, y esto puede equilibrarse con respecto a la labor de compresión precisa.
25. cálculo de cáustico parcialmente gastado, se mantiene en el sistema y la cantidad de cáustico consumido, de extracción necesaria para eliminar el gas ácido retirado, puede extraerse intermitente o continuamente por la tubería 33. Por la tubería 34 se añade intermitente ó continuamente una cantidad correspondiente de cáustico nuevo. Los vapores de amoniaco purificado así obtenidos en la tubería 30, no contendrán gas ácido pero pueden contener una concentración aumentada de agua, en comparación con el vapor de la tubería 16, según las condiciones empleadas en el cáustico de contacto. Como antes se indicó, es conveniente utilizar una temperatura lo más baja posible en el contacto con el cáustico, para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco en la solución de cáustico, y también el agua recogida por los vapores de amoniaco compatibles ambas cantidades con la evitación de la formación de sólidos. Análogamente, es conveniente utilizar una presión reducida para reducir al mínimo las pérdidas de amoniaco, y esto puede equilibrarse con respecto a la labor de compresión precisa.

30. Como se indicó, los vapores de amoniaco purificados de la tubería 30 o 25, se combinan con una corriente de vapor de amoniaco que circula por la tubería 37 y se hace pasar por la tubería 35 que con-



DIC

-16-

- tiene el compresor 36. La tubería 37 representa una derivación de la descarga al lado de aspiración del compresor 36 y contiene un refrigerador 38 para controlar la temperatura del gas de aspiración y evitar el recalentamiento de la máquina, y una válvula reguladora 39 utilizada para mantener una presión de aspiración prácticamente constante y, con ello, mantener una presión prácticamente constante en la zona de contacto 14. Esto se indica por PC que responde a la presión indicada en la tubería de vapor 16. Si la presión en el contactor 14 tiende a descender, la válvula 39 se abre para que se derive más material a través de la tubería 37, y el compresor actúe en condiciones de aspiración constante con un rendimiento bruto constante, pero con un rendimiento neto reducido. La cantidad neta de vapores de amoníaco comprimido en la tubería 40, se condensa en el cambiador de calor 41 y se recoge, en forma de líquido, en el tambor 42, El líquido se extrae por la tubería 43 y parte de aquel se desvía, por la válvula 20 de la tubería 19 al contactor 14, mientras que la producción neta de amoníaco purificado, se recupera por la tubería 44.

- La temperatura, presión y composición variables de la solución amoniacal de lavado, tienen efectos independientes e inter-relacionados sobre la composición del vapor purificado, y el control de ellas se realiza por regulación de la inyección de agua y amoníaco y retirada de vapor y se lleva a cabo, de acuerdo con este invento, de distintos modos,



incluyendo los siguientes.

5. Si se añade demasiada agua, la presión tiende a reducirse dado que se extrae amoniaco del vapor. En respuesta, se retira menos vapor, de tal modo que el amoniaco continua suministrándose con rapidez superior a la de su extracción, haciendo así que la relación de amoniaco a gas ácido en la solución, aumente. En respuesta a la relación superior detectada de amoniaco a gas ácido, disminuye la relación de agua de adición.
- 10.

15. Si el amoniaco se añade con demasiada rapidez para el enfriamiento, la temperatura tiende a reducirse, y la relación de adición puede disminuir automáticamente. Sin embargo, si se añadiera también demasiada agua al mismo tiempo, esto impediría que la temperatura descendiera. La adición continuada de demasiado amoniaco impediría el descenso de la presión. Sin embargo, la relación de amoniaco a gas ácido en la solución aumentaría necesariamente y por tanto el grado de inyección de agua disminuiría. Como resultado, la presión tendería a aumentar, y la temperatura tendería a disminuir, dando por resultado una proporción aumentada de retirada de vapor, y una proporción disminuida de inyección de amoniaco.
- 20.
- 25.

30. Si las corrientes entrantes de vapor y de agua estuvieran a temperaturas suficientemente bajas, tales que la cantidad de inyección de amoniaco que precisara controlarse a la temperatura baja fuera insuficiente para proporcionar la rela-



-18-27 DIC. 1900

- ción elevada de amoníaco a gas ácido en la solución, no se conseguiría tampoco el punto de control de la presión. Como resultado, se retendría más amoníaco en el sistema hasta acumularse presión, y obtenerse la elevada relación precisa de amoníaco a gas ácido en la solución. Se observará que el conjunto no trabaja efectivamente de este modo si la corriente de vapor de amoníaco impuro contiene demasiado gas ácido. Además, la temperatura en el contactor ha de ser inferior a la del vapor impuro introducido.
- 5.
- 10.

- Si se añade agua insuficiente, la presión total del sistema tenderá a aumentar y habrá una retirada de vapor en proporción aumentada desde el contactor, vapor que desde luego estará contaminado con gas ácido. Así, es necesario advertir la relación de amoníaco a gas ácido en la solución, y es conveniente trabajar con más agua de la suficiente añadida en todo momento para que en cualquier instante se tenga una relación superior a la mínima de amoníaco a gas ácido en la solución necesaria para asegurar que no se excede la concentración pequeña, máxima, de gas ácido, permisible en el amoníaco producto.
- 15.
- 20.

- Con referencia nuevamente al dibujo, para evitar la purificación de los vapores de amoníaco acompañada por una pérdida apreciable de rendimiento de amoníaco, es conveniente recuperar más amoníaco de la parte de la solución amoniacal acuosa retirada por la tubería 23. Consiguientemente, esta solución se hace atravesar la tubería 45 para llevarla a las
- 25.
- 30.





zada de la solución extraída del contactor 14 y parcialmente vaporizada para obtener los vapores en la tubería 12 producirá una corriente acuosa que contendrá más amoníaco que gas ácido. Esta corriente puede entonces someterse a ulterior ebullición y descarga, para obtener una mezcla de vapor de amoníaco, gas ácido y agua, que por condensación parcial proporcionará vapores ricos en amoníaco susceptibles de combinarse con los vapores de la tubería 12.

5. El ejemplo siguiente indica unas condiciones de operación adecuadas que pueden emplearse, y un equilibrio de material que representa el grado de purificación y separación susceptible de lograrse por la aplicación práctica de este invento, en la que se trata una corriente de vapor impuro que contiene en su mayor parte amoníaco contaminado con sulfuro de hidrógeno y agua.

EJEMPLO -

10. En este Ejemplo, se suministra una corriente de vapor impuro a una temperatura de  $37,8^{\circ}\text{C}$  y a una presión muy poco superior a  $3,15 \text{ kg/cm}^2$  y se trata por ejemplo en el contactor 14 del dibujo, a una temperatura de  $7,2^{\circ}\text{C}$  y a una presión de  $3,1 \text{ kg/cm}^2$ , con una solución en circulación de agua amoniacal concentrada, en la que la relación de amoníaco a sulfuro de hidrógeno se mantiene entre 30 y 32 moles de amoníaco por mol de sulfuro de hidrógeno. La solución se hace circular a razón de 3 volúmenes de líquido por volumen de vapor. A continuación se indica un equilibrio material en el que los números de



los componentes de la corriente se refieren a los indicados en el dibujo

|     |                                 | <u>Composición , Kilos</u> |                       |                       |
|-----|---------------------------------|----------------------------|-----------------------|-----------------------|
|     | <u>Corriente N<sup>o</sup>.</u> | <u>NH<sub>3</sub></u>      | <u>H<sub>2</sub>S</u> | <u>H<sub>2</sub>O</u> |
| 5.  | 11                              | 450                        | 4'05                  | 2'25                  |
|     | 12                              | 68'40                      | 0'45                  | 0'45                  |
|     | 13                              | 518'40                     | 4'5                   | 2'70                  |
|     | 19                              | 117                        | -                     | 1'35                  |
|     | 21                              | -                          | -                     | 15'30                 |
| 10. | 16                              | 567'0                      | 0'045                 | 0'45                  |
|     | 44                              | 449'10                     | -                     | 5'40                  |
|     | 23=45                           | 68'40                      | 4'5                   | 18'90                 |
|     | 47                              | -                          | 4'05                  | -                     |
|     | 48                              | -                          | -                     | 427'50                |
| 15. | 49                              | -                          | -                     | 445'95                |

En los datos anteriores, la alimentación de vapor representa vapores separados de una solución acuosa de 53% de NH<sub>3</sub> y 11% de H<sub>2</sub>S, en peso, formada en la regeneración de una solución amoniacal de lavado o depuración, para retirar H<sub>2</sub>S de un gas que contenga también NH<sub>3</sub> como antes se ha descrito. El amoniaco libre de H<sub>2</sub>S añadido como corriente 19, se obtiene tratando los vapores de la corriente 16 con sosa cáustica de 20<sup>o</sup>Be a 21,1<sup>o</sup>C, que tiene en cuenta la pequeña pérdida de NH<sub>3</sub> y un contenido de agua ligeramente aumentado en el producto neto de la corriente 44. El amoniaco líquido



producto, se recupera a unos 37,8°C y a unos 14 kg/cm<sup>2</sup>.

El Ejemplo anterior de composiciones de corriente y condiciones de trabajo, indica de que

5. modo este invento puede utilizarse para obtener vapores de amoniaco altamente purificados partiendo de vapores de amoniaco que contengan solamente 1 o 2% de gas ácido y agua como contaminante, pero debe tenerse presente que las condiciones indicadas en
10. el ejemplo, no son limitadoras en las demás condiciones, susceptibles de encontrarse más ventajosas en casos especiales dependientes de la naturaleza de la alimentación de vapor, de la variación de su composición y de la pureza deseada en el producto que se trata de obtener, En ensayos a una temperatura de contacto de 21,1°C y muy poco superiores a la presión atmosférica, los vapores de amoniaco purificados contenían 375 unidades ponderales por millón de unidades H<sub>2</sub>S, cuando la relación molar de NH<sub>3</sub>
15. a H<sub>2</sub>S en la solución en contacto era de 20 aproximadamente, conteniendo los vapores de amoniaco tratados una unidad ponderal por ciento de H<sub>2</sub>S, con la solución circulando a razón de 3 volúmenes de líquido por volumen de vapor.
- 20.

25.

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
- 30.



- su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica Ser. Nº 517.628 de 30 de diciembre de 1965 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, 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 PURIFICAR UNA CORRIENTE GASEOSA"; caracterizándose por lo siguiente:
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- 1ª - Procedimiento para purificar una corriente gaseosa, compuesta en su mayor parte por amoníaco, contaminada con pequeñas cantidades variables de gas ácido y agua, caracterizado porque comprende el hacer pasar la corriente de vapor impuro al interior de un contactor en el que se depura el vapor citado a una temperatura baja y constante y a una presión superatmosférica, con una solución concentrada de agua amoniacal formada por flash del amoníaco líquido suministrado a una presión más elevada al contactor mencionado, a un ritmo regulado para mantener dicha temperatura baja, y añadiendo agua en dicho contactor a un ritmo regulado para mantener una relación molar elevada y prácticamente constante de amoníaco a gas ácido, de por lo menos 10 a 1 en dicha solución; el retirar de dicho contactor una corriente de vapor purificado que comprende en su mayor parte amoníaco que no contenga más que una pequeña concentración fija de gas ácido y una pequeña cantidad variable de agua, a un ritmo regulado para man-



tener la mencionada presión superatmosférica en dicho contactor, y el extraer una parte de la mencionada solución que contiene gas ácido, separada de la mencionada corriente de vapor impuro.

5.                   2ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque la corriente de vapor impuro contiene más gas ácido que agua, y la mencionada corriente de vapor purificado contiene más agua que gas ácido, sobre una base molar.

10.                   3ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque el mencionado contaminante de gas ácido, comprende  $H_2S$ , la corriente de vapor impuro contiene más de 0,1 ponderal por ciento de  $H_2S$  y la corriente de vapor purificado no contiene más de 100 partes por millón de partes ponderales de  $H_2S$ , con respecto a una base seca.

15.                   4ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque comprenden el vaporizar parcialmente la parte retirada de dicha solución, calentando para formar vapores ricos en amoníaco que contengan solamente una pequeña parte del gas ácido en la mencionada parte extraída, y el tratar dichos vapores ricos en amoníaco como una parte de la mencionada corriente de vapor impuro.

20.                   5ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque comprenden el vaporizar parcialmente la parte extraída de dicha solución, calentando para formar vapores ricos en amoníaco que contengan solamente una pequeña parte del gas ácido de dicha parte extraída, y una parte no va-

25.

30.



porizada que contenga la mayor parte del gas ácido de la parte extraída citada, el tratar los vapores rícos en amoniaco como una parte de la mencionada corriente de vapor impuro; el añadir agua adicional a dicha parte no vaporizada y el descargar gas ácido de la misma a una presión más elevada.

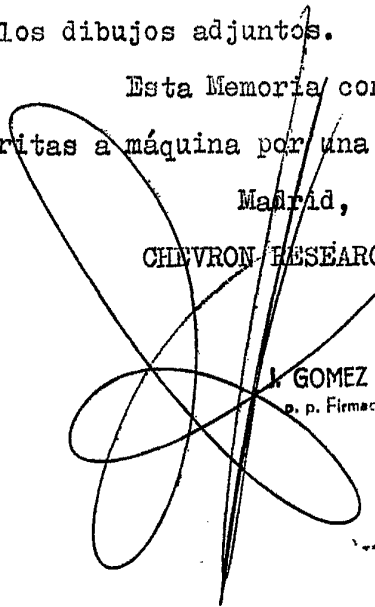
5. 6ª - Procedimiento para purificar una corriente gaseosa, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

10. Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

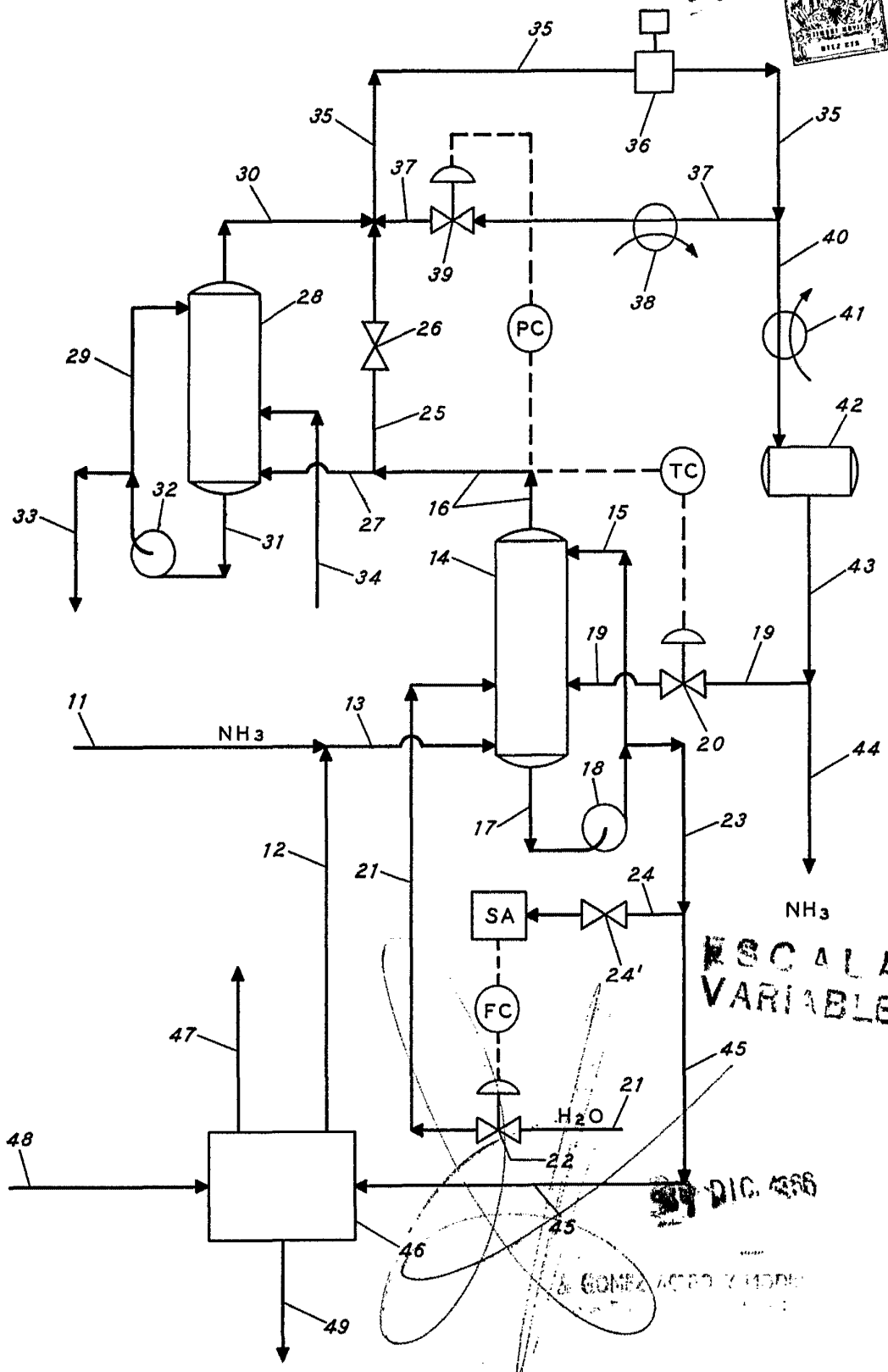
Madrid, 27 DIC. 1944

CHEVRON RESEARCH COMPANY,

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
p. p. Firmador: E. Hernández Ruiz.



27 DIC 1966



ESCALA VARIABLE

31 DIC 1966

COMPACTO Y MODERNO