



6 MAR 1969

PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case No.8.19884.

348929

Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE SALES AMONICAS PARA
LA PRODUCCION DE FERTILIZANTES"

- - - - -

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, S.W.1., Inglaterra.

- - - - -

Esta invención se relaciona con un procedim
miento de amoniacion de ácidos seleccionados del grup
po consistente en fosfórico, sulfúrico, mezclas de
ellos con o sin ácido nítrico y mezclas de ácidos
5. fosfórico y nítrico. La invención se relaciona tam-



bién con la producción de fertilizantes a partir de sales amónicas o mezclas de ellas, así producidas.

El ácido fosfórico usado es convenientemente el obtenido por vía húmeda, por ejemplo licor ácido filtrado que contiene del 26 al 32% aproximadamente de P_2O_5 , pero una de las ventajas de la invención es la posibilidad de usar también ácido de superior concentración, por ejemplo del orden del 55%. El ácido sulfúrico usado es convenientemente del 96 al 98% y el ácido nítrico del 55 al 60%.

De acuerdo con la invención, se establece un procedimiento para la amoniación de ácidos seleccionados del grupo consistente en fosfórico, sulfúrico, mezclas de ellos con o sin ácido nítrico y mezclas de ácidos fosfórico y nítrico, que comprende las operaciones de causar o permitir el flujo descendente del ácido o mezcla de ellos y causar o permitir simultáneamente el flujo ascendente de una contra corriente de amoníaco gaseoso (con o sin aire y/o vapor de agua) a través de un aparato de contacto gas-líquido del tipo que comprende por lo menos una zona de contacto gas-líquido en la que se mantiene una serie de elementos de ligero peso, situada entre rejillas superior e inferior, o similares elementos, que impiden su desplazamiento ascendente o descendente por encima o debajo de niveles predeterminados, estando adaptados dichos elementos de peso ligero para mantenerse en condición flotante, turbulenta y sustentada por dicha contracorriente de amoníaco gaseoso; y retirar el producto amoniacado líquido del extremo inferior de di-



cho aparato. Los citados elementos son preferiblemente de forma sensiblemente esférica.

Un aparato adecuado del citado tipo se describe y reivindica en la anterior patente británica nº 898.092 y comprende un recipiente sustancialmente vertical provisto de una rejilla transversal, una capa de elementos flotantes encerrados por debajo de dicha rejilla, medios para conducir líquido a la parte superior y fuera de la parte inferior del recipiente y medios para conducir gas a la parte inferior y fuera de la parte superior del recipiente, cuya rejilla limita el movimiento ascendente de los referidos elementos flotantes en el recipiente.

Otro aparato adecuado del tipo citado se describe y reivindica en la anterior patente británica nº 975.274 y comprende un recipiente provisto de rejillas superior e inferior, medios para suministrar gas por debajo de la rejilla inferior y medios para suministrar y distribuir líquido por encima de la rejilla superior, presentando el recipiente una salida para el gas por encima de los medios de suministro y distribución de líquido y una salida para líquido por debajo de la rejilla inferior, esferas entre las rejillas del recipiente, de un peso que permita su sustentación ascendente hacia la rejilla superior por el gas que pasa hacia arriba desde la entrada del mismo hacia su salida, teniendo la rejilla superior una superficie inclinada de contacto con dichas esferas para desviarlas hacia los lados del recipiente tras su contacto durante o después de dicho movimiento de



sustentación ascendente.

Otro aparato adecuado del citado tipo se describe y reivindica en la anterior patente británica nº 1.020.483 y comprende una cámara, una entrada y salida para líquido respectivamente en las zonas superior e inferior de la citada cámara, una entrada y salida para gas respectivamente opuestas a dichas entrada y salida de líquido, una zona de contacto definida en la referida cámara por un límite superior y otro inferior, y un conjunto de elementos de peso ligero dentro de dicha zona, cuyos elementos de peso ligero tienen un peso específico superior al del gas e inferior al del líquido, no siendo superior el volumen estático aparente de dicho conjunto al 50% del volumen de la citada zona y siendo por lo menos de 152,4 mm la distancia entre el límite superior del citado conjunto y el límite superior de la zona de contacto.

La presente invención se ilustra en la figura 1 de los adjuntos dibujos, que muestra esquemáticamente un aparato del tipo citado, en adelante denominado "neutralizador de contacto turbulento". Este aparato comprende una torre 1 sustancialmente vertical, subdividida, por ejemplo, por tres rejillas transversales 2. Entre cada par de rejillas adyacentes hay un conjunto consistente en esferas flotantes 3 de peso ligero que al pasar ascendentemente el gas a través de la torre son mantenidas por él en condición flotante y turbulenta entre las inmediatas rejillas adyacentes situadas por encima y debajo. Cuando cesa



6 MAR. 1969

5. el flujo ascendente de gas a través de la torre, las esferas se hunden sobre la rejilla inferior, quedando en reposo sobre ella. Su denominada "altura estática" en esta posición se indica por las líneas de trazado discontinuo. La torre incluye también en su parte superior o cerca de ella una entrada 4 para el ácido o ácidos a amoniacar, una entrada 5 en su fondo o cerca de él para amoníaco gaseoso (solo o en mezcla con aire y/o vapor de agua) y una salida 6 en su fondo o cerca de él, para el producto amoniacado.

10. El ácido o mezcla de ellos a amoniacar se introduce a través de la entrada 4 (por ejemplo mediante pulverización) y fluye por gravedad a través de la torre; simultáneamente se introduce amoníaco gaseoso (solo o en mezcla con aire y/o vapor de agua) a través de la entrada 5 y fluye ascendentemente por la torre en contracorriente con el flujo de ácido. El flujo ascendente de amoníaco levanta las esferas flotantes 3 y las mantiene en condición flotante y turbulenta entre las rejillas 2.

15. El amoníaco reacciona con el ácido o ácidos formando una solución de una sal amónica (o sales) que fluye descendentemente a través de la torre hasta la salida 6. También se forma vapor de agua, que es retido por la parte superior de la torre llevándose consigo cierta cantidad de producto amoniacado. Por consiguiente, se dispone convenientemente un medio separador, tal como un separador ciclónico 7, que separa todo producto amoniacado arrastrado del vapor de agua y lo devuelve, a través de la tubería 8, a la salida

20.

25.

30.



de producto 6, siendo expulsado el vapor de agua por 9.

Si se desea, el producto de la salida 6 puede ser total o parcialmente reciclado a través de la tubería 10 y mezclado con ácido fresco antes de ser readmitido en la torre a través de la entrada 4. Tal operación de reciclaje es particularmente deseable cuando la entrada de ácido es una mezcla de ellos que contiene ácido nítrico. En tal caso, es deseable que el pH de la mezcla ácida admitida en la torre a través de la entrada 4 tenga un valor suficientemente elevado para evitar la formación de humo de ácido nítrico en la torre, reciclandose en consecuencia suficiente producto a la entrada de ácido para asegurar tal valor suficientemente elevado en el pH de la salida de ácido. El resto del producto se retira por 11 y se trata para formar una sal fertilizante, en particular una sal fertilizante mezclada.

Se ha propuesto ya la amoniación de ácidos en una torre de relleno con un lecho fijo, tal como de materiales triturados o granulares, pequeños anillos, cilindros u otras formas de composiciones cerámicas o similares, pero tales rellenos en lecho fijo tienen la desventaja de que las sales amónicas, en particular el fosfato amónico que contiene impurezas, tienden a depositarse sobre el relleno y en particular en los huecos comprendidos entre el mismo, con el resultado de que la torre se atasca rápidamente, constituyendo así un peligro para la seguridad y requiriendo frecuente limpieza. Esto no ocurre con el neutralizador de contacto turbulento usado en la presente in-



6 MAR 1969

- vención, puesto que el movimiento turbulento constante de las esferas asegura que no se formen huecos estáticos en los que puedan acumularse las sales e impurezas depositadas. Además, la forma esférica de los elementos de relleno obstaculiza el depósito de sales amónicas e impurezas sobre ellas, siendo desplazados cualesquiera depósitos incipientes por el ácido entrante que fluye libremente sobre las esferas. Asimismo, el uso de esferas asegura la máxima superficie de contacto entre el amoníaco y el ácido y por consiguiente permite una amoniación más completa y rápida. De particular valor es el hecho de que el neutralizador de contacto turbulento usado en la presente invención funciona con una velocidad de gas "libre" o "liberable" muy superior al caso de un neutralizador convencional de tanque de libre ebullición o torre rellena de lecho fijo. En tanto que la velocidad del gas "libre" o "liberable" es sólo de 0,3 a 0,6 metros por segundo aproximadamente en un neutralizador de tanque de ebullición libre y sólo de 1,2 a 1,5 metros por segundo en una torre rellena de lecho fijo, es aproximadamente de 3 a 6 metros por segundo, por ejemplo de 4,5 metros por segundo, en el neutralizador de contacto turbulento usado en la presente invención. Así, para un determinado ritmo de producción, el neutralizador de contacto turbulento sólo precisa tener un diámetro que sea del 26 al 36% del correspondiente a un neutralizador con tanque de ebullición libre y del 52 al 58% del correspondiente a una torre rellena de lecho fijo, y por consiguiente su uso ofrece una mayor seguridad en la fase de neutralización.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



6 MAR. 1969

La razón de la velocidad del gas de trabajo relativamente elevada en el neutralizador de contacto turbulento se considera ser el suave flujo de líquido desde la superficie de una esfera lisa a la siguiente, a pesar

5. de la turbulencia del lecho en su conjunto. En un relleno de lecho fijo, que generalmente tiene bordes agudos, y en un neutralizador con tanque de libre ebullición, las gotas son mucho más fácilmente proyectadas en la corriente gaseosa, constituyendo así una causa

10. de arrastre que limita el nivel de gas utilizable.

El contenido en agua del producto amoniacado del neutralizador de contacto turbulento (que comprende una sal amónica o una mezcla de ellas) es preferiblemente reducido luego a un nivel adecuado para la

15. formación de bolitas (por ejemplo inferior al 1%) o para la granulación por reciclaje (por ejemplo del 1 al 10%), según el caso, cuya reducción acuosa se lleva a cabo convenientemente en un evaporador de escaso tiempo de retención, por ejemplo un evaporador de película descendente, por razones de seguridad, como se describe por ejemplo y reivindica en nuestra copendiente

20. solicitud de patente británica nº 11354/65. Para reducir al mínimo o evitar las pérdidas de amoníaco de la solución, o incluso incrementar su grado de amoniacación

25. si así se desea, se pasa ascendentemente amoníaco gaseoso (solo o en mezcla con aire) por el evaporador de película descendente en contracorriente con el flujo de la solución de sal amónica a través de aquél.

Este sistema se ilustra esquemáticamente en

30. la figura 2. El ácido o mezcla de ellos (preferiblemente)



6 MAR 1969

- te después de premezclar en un recipiente 12 de premezclado o amortiguador) se conduce a la entrada de ácido 4 de un neutralizador de contacto turbulento 1, mientras se pasa amoníaco gaseoso (con o sin aire y/o vapor de agua) en contracorriente ascendente por el neutralizador desde la entrada 5. El vapor de agua se expulsa por 9 y se separa el producto amoniacado por 6. Este último es retirado por 11 (con reciclo parcial en 10, si fuese necesario) y conducido a la entrada 13 de un evaporador de película descendente 14. Se pasa amoníaco gaseoso, con o sin aire, de contracorriente ascendente por el evaporador de película descendente, desde una entrada 15 para el mismo. El exceso de amoníaco y vapor de agua, del evaporador de película descendente, extraído por 16 se mezcla con amoníaco fresco y se lleva a la entrada 5 del neutralizador de contacto turbulento. El producto amoniacado (conteniendo ahora probablemente menos del 10% de agua) se retira a través de la salida 17 para la formación de bolitas o para su granulación, según se desee.

- El grado a que tiene lugar la amoniacación en el neutralizador de contacto turbulento 1 y, en cierto grado, la concentración de la solución retirada de aquel por 6, pueden controlarse mediante control de la velocidad de alimentación de ácido por 4 y de la velocidad de alimentación de amoníaco y vapor de agua por 5, como asimismo mediante la selección de ácidos de adecuada concentración. La invención tiene particular aplicación en la conneutralización de ácido nítrico y ácido fosfórico de vía húmeda para la producción de



- fertilizantes mezclados que comprenden nitrato amónico y fosfatos mono y diamónico. Como queda dicho, el pH de la mezcla de entrada de ácido nítrico/fosfórico en 4 es ventajosamente mantenido a un valor suficientemente elevado para reducir al mínimo la formación de humo de ácido nítrico en la torre, por ejemplo mediante reciclado de solución amoniacada en 10, y el nivel de amoniacación se controla de manera que el fosfato amónico contenido en la solución retirada en 11 tenga preferiblemente una relación molar entre amoníaco y ácido fosfórico (expresados como NH_3 y PO_4H_3) de 1:1 por lo menos (pH aproximadamente de 4,3) y preferiblemente de 1,4:1 (pH aproximadamente de 6,1) o superior. En el último caso, el amoníaco pasado en contracorriente ascendente en el evaporador de película descendente servirá principalmente para reducir al mínimo las pérdidas del mismo en la solución (aunque puede efectuarse cierto grado adicional de amoniacación), mientras que en el primer caso realizará una amoniacación adicional a una relación molar $\text{NH}_3/\text{PO}_4\text{H}_3$ del orden de 1,4:1 (pH aproximadamente de 6,1). La solución amoniacada retirada por 11 tendrá probablemente un contenido en humedad del orden del 5 al 30%, por ejemplo del 10 al 20%, dependiendo de las concentraciones de los ácidos usados, que se reduce en el evaporador de película descendente 14 al 1% aproximadamente o menos, si se pretende la formación de bolitas, y posiblemente un poco mayor, por ejemplo del 1 al 5%, si se pretende una granulación por reciclado.
30. La versión ilustrada en la figura 2A es una



simple modificación de la mostrada en la figura 2, de la que difiere exclusivamente en que la torre 1 compre
de dos porciones la y lb (cada una de ellas provista
de una o más zonas de contacto gas-líquido que compre
den rejillas transversales 2 y esferas flotantes 3,
5. como en el caso de las figuras 1 y 2). En esta versión,
el ácido fosfórico (con o sin ácido sulfúrico) se in-
troduce en la porción superior la de la torre, en tan-
to que el ácido nítrico (deseablemente junto con solu-
10. ción amoniacada reciclada en 10) se introduce en la
parte inferior de la torre, concretamente encima de
la porción inferior lb de la misma. Esto presenta la
ventaja de que cualquier humo de ácido nítrico despren-
dido en la parte superior de lb es absorbido por el
15. ácido fosfórico en la; esto a su vez significa que el
pH de la entrada de ácido nítrico puede ser convenien-
temente inferior al pH de la entrada de ácidos mezcla-
dos en las figuras 1 y 2 y que, por consiguiente, la
cantidad de solución amoniacada que se recicla en 10
20. puede ser reducida. Naturalmente, el pH mínimo desea-
ble de la entrada de ácido dependerá en las tres figu-
ras 1, 2 y 2A, de la cantidad y concentración de ácido
nítrico presente, pero si por ejemplo es de 1,7 aproxí-
madamente en las figuras 1 y 2, puede ser tan bajo co-
25. mo de 1,2 en el caso de la entrada de ácido nítrico
más reciclado en la porción lb de la torre en el caso de
la figura 2A.

En un sistema variante, ilustrado en la figu-
ra 3, para la amoniacación de mezclas de ácido nítrico
30. con ácido fosfórico y/o ácido sulfúrico, el ácido ní-



6 MAR 1969

trico no se incluye en la entrada de ácido al neutralizador de contacto turbulento 1. El ácido o ácidos restantes se llevan al neutralizador de contacto turbulento para su amoniación en él (como en las figuras 1 y 2) y el producto amoniacado es pasado a un recipiente de premezclado 18, donde es íntimamente mezclado con el ácido nítrico. Luego se pasa la mezcla a un neutralizador con tanque de libre ebullición 19, donde es neutralizada mediante introducción de amoníaco en el mismo, preferiblemente en exceso, por una entrada 20. El grado de neutralización conseguido puede incrementarse y la cantidad de humo de ácido nítrico desprendido puede disminuirse correspondientemente, incorporando en el neutralizador 19 una masa o conjunto de esferas flotantes 3 de peso ligero, similares a las usadas en la torre 1. El exceso de amoníaco y vapor de agua es expulsado y, junto con amoníaco adicional, si se desea, se usa para amoníacar el ácido o ácidos en el neutralizador de contacto turbulento 1, mientras se retira producto amoniacado del neutralizador 19 a través de una salida 21 y se introduce en un evaporador de película descendente 14 a través del cual se pasa amoníaco gaseoso, con o sin aire, en contra corriente a través de la entrada 15. El producto amoniacado del evaporador de película descendente, que ahora contiene probablemente menos del 10% de agua, es retirado para la formación de bolitas o para su granulación, y el exceso de amoníaco y vapor de agua es expulsado del evaporador por 16 y llevado a la entrada de amoníaco 5 del neutralizador de contacto turbulento



Fig. 1069

to.

En la anterior descripción de nuestra inven
ción con referencia a los adjuntos dibujos, hemos mo
strado en las figuras 1, 2 y 3 la torre 1 provista de
5. dos zonas de contacto gas-líquido, pero evidentemente
puede tener cualquier número de tales zonas, desde una
en adelante. En el caso de la figura 2A, cada una de
las porciones 1a y 1b de la torre ha de tener por lo
menos una de tales zonas, pero una vez más no hay lí-
10. mite al número de dichas zonas que puede tener cada
una de estas porciones,

En las citadas patentes británicas Nos.
898.092, 975.274 y 1.020.483, los elementos esféricos
flotantes son de resinas o plásticos sintéticos y si
15. sus puntos de fusión o degradación son relativamente
bajos, deberá ponerse cuidado en asegurar que la en-
trada gaseosa 5 a la torre 1 no exceda de un máximo
predeterminado (por ejemplo, de 110 a 120°C aproxima-
damente, si los elementos esféricos son de polipropi-
20. leno). Esto puede conseguirse, por ejemplo, añadiendo
aire o amoníaco fríos a la entrada gaseosa 5. Sin em-
bargo, nosotros preferimos usar elementos esféricos de
punto de fusión mucho más elevado, por ejemplo polite
trafluoretileno o politrifluormonocloroetileno, que no
25. solo permiten el uso de temperaturas muy superiores
(por ejemplo, del orden de 200°C para la entrada gaseo
sa 5), sino que además son más inertes a las sustan-
cias corrosivas.

Es importante considerar la seguridad de to
30. do sistema en el que se manipule nitrato amónico, es-



6 MAY 1969

- pecialmente cuando se producen elevadas concentraciones y temperaturas y cuando se mezcla con otros materiales que estén o puedan ser contaminados con impurezas indeseables. Los contaminantes que son particularmente peligrosos son aquellos que se oxidan fácilmente, por ejemplo materia orgánica o materiales que ejerzan una acción catalítica sobre la descomposición del nitrato amónico, por ejemplo los cloruros, el cobre, el cinc, ácidos, etc.
- 5.
10. El procedimiento según la presente invención se halla particularmente libre de peligros e incluye una serie de medios de seguridad para su utilización.
15. Cuando ha de amoniacarse una mezcla de ácidos, se usa un recipiente de promezclado para evitar repentinos cambios de concentración de los ácidos de alimentación. En el caso de ácidos nítricos y fosfórico mezclados, el recipiente permite una previa oxidación de parte de la materia orgánica presente en el ácido fosfórico.
- 20.
25. En la versión ilustrada en la figura 3, se efectúa la fase de neutralización en condiciones de seguridad mediante utilización del neutralizador de tanque a una concentración y temperatura relativamente bajas. Además, el pH se mantiene preferiblemente por encima de 4,0 aproximadamente, de manera que no se halle presente ninguna acidez libre. Preferiblemente, sin embargo, como se ilustra en las figuras 1, 2 y 2A, se usa un neutralizador de contacto turbulento de manera que la retención de material sea considerablemen
- 30.



te menor que en el neutralizador de tanque.

- Aunque puede eliminarse la posibilidad de descomposición del nitrato amónico durante operación normal bajo condiciones bien definidas, sigue existiendo sin embargo la posibilidad de que se produzca descomposición bajo imprevistas condiciones accidentales causadas por un mal funcionamiento o contaminación considerable del sistema. Aunque las posibilidades de tal descomposición son reducidas, es esencial en el diseño de un equipo de tratamiento a gran escala asegurar que tal descomposición no pueda acelerarse y reaccionar con explosiva violencia. Dos factores que acentúan la seguridad de cualquier operación de la planta que implique el uso de nitrato amónico, son la evitación de presión o confinamiento en el sistema y la reducción al mínimo de la cantidad de material tratado en un tiempo determinado, particularmente en las fases del proceso en que se hallan implicadas una concentración y temperatura elevadas. Así, el neutralizador de contacto turbulento, que tiene mucho menos volúmen que el neutralizador de tanque convencional, como anteriormente se expuso, ofrece mayor seguridad que los neutralizadores convencionales.
5. tiendo sin embargo la posibilidad de que se produzca descomposición bajo imprevistas condiciones accidentales causadas por un mal funcionamiento o contaminación considerable del sistema. Aunque las posibilidades de tal descomposición son reducidas, es esencial
10. en el diseño de un equipo de tratamiento a gran escala asegurar que tal descomposición no pueda acelerarse y reaccionar con explosiva violencia. Dos factores que acentúan la seguridad de cualquier operación de la planta que implique el uso de nitrato amónico,
15. son la evitación de presión o confinamiento en el sistema y la reducción al mínimo de la cantidad de material tratado en un tiempo determinado, particularmente en las fases del proceso en que se hallan implicadas una concentración y temperatura elevadas. Así, el
20. neutralizador de contacto turbulento, que tiene mucho menos volúmen que el neutralizador de tanque convencional, como anteriormente se expuso, ofrece mayor seguridad que los neutralizadores convencionales.

- En la fase de evaporación, en la que necesariamente se incrementan la concentración y temperatura, una retención mínima es de la mayor importancia y el evaporador del tipo de película descendente cumple este requisito plenamente. El material presente es de hecho subdividido por los tubos múltiples y en cada tubo solo se halla presente una delgada película. El
25. riamente se incrementan la concentración y temperatura, una retención mínima es de la mayor importancia y el evaporador del tipo de película descendente cumple este requisito plenamente. El material presente es de hecho subdividido por los tubos múltiples y en cada
30. tubo solo se halla presente una delgada película. El



pH se mantiene siempre deseablemente por encima del punto en que aparece una acidez libre. Además, la extensa área libre y los grandes conductos de ventilación reducen al mínimo la posibilidad de una acumulación de presión.

EJEMPLO I

Se usó un neutralizador de contacto turbulento, tal como se ilustra en la figura 1, de un diámetro interno de 228,6 mm y dos etapas de absorción, cada una de ellas rellena hasta una altura estática de 254 mm. El relleno era de esferas de 19,05 mm de diámetro.

La entrada de gas fue de $300 \text{ RM}^3/\text{hora}$ de vapor de agua, junto con $160 \text{ RM}^3/\text{hora}$ de amoníaco.

El licor de entrada fue de 1050 kg/hora de ácido fosfórico de vía húmeda, que contenía un 32% de P_2O_5 .

El licor de salida fue una suspensión de fosfato amónico que contenía un 28% de agua y tenía una relación molar $\text{NH}_3:\text{PO}_4$ de 1,4 (pH aproximadamente de 6,5). El gas de salida contenía menos del 0,3% de amoníaco.

EJEMPLO II

Se usó un neutralizador de contacto turbulento, como en el ejemplo I.

El gas de entrada fue de $360 \text{ RM}^3/\text{hora}$ de vapor de agua, junto con $140 \text{ RM}^3/\text{hora}$ de amoníaco.

El licor de entrada fue de 380 Kg/hora de ácido nítrico (57% NO_3H), junto con 425 Kg/hora de ácido fosfórico de vía húmeda (40% P_2O_5).



6 MAR 1969

5. El licor de salida contenía un 16% de agua y tenía una relación molar $\text{NH}_3:\text{PO}_4$ de 1,0 (pH aproximadamente de 4,4). Este licor, al secarse, mostró el siguiente análisis: 22,4% de N y 28% de P_2O_5 . La corriente gaseosa de salida contenía un 0,48% de amoníaco. Hubo un reciclo de licor que mantuvo a un pH de 1,8 el licor de entrada mezclado.

EJEMPLO III

10. El neutralizador de contacto turbulento del ejemplo I se conectó a un evaporador del tipo de película descendente, como se muestra en la figura 2.

15. La alimentación de licor consistió en 450 kg/hora de ácido nítrico (57% NO_3H), junto con 510 kg/hora de ácido fosfórico de vía húmeda, que mostró en su análisis un 32% de P_2O_5 .

20. Hubo un reciclo de licor al neutralizador para mantener el pH de la alimentación mezclada en 2,0. Se distribuyó un total de 180 RM^3 /hora de amoníaco entre el neutralizador y el evaporador, de manera que la relación molar $\text{NH}_3:\text{PO}_4$ de ambos licores fuese de 1,4 (pH aproximadamente de 6,5). El gas de salida del neutralizador contenía un 0,61% de amoníaco. El contenido en agua del licor que salió del neutralizador era del 22% y el del licor que salió del evaporador era del 2%. Esta última corriente fué granulada con reciclo y potasa y produjo un fertilizante de excelentes propiedades de almacenamiento, que mostró un análisis de 15,8% de N, 15,5% de P_2O_5 , y 21,4% de K_2O .

N C T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza del



6 MAR. 1969

- 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 solicitud de Patente presentada en Inglaterra con fecha y número siguientes: 6 de enero de 1967, nº 975/67 acogándose por 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 sobre: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE SALES AMONICAS PARA LA PRODUCCION DE FERTILIZANTES"; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1ª.- Procedimiento de obtención de sales amónicas para la producción de fertilizantes, mediante amoniación de ácidos, particularmente de ácidos seleccionados del grupo consistente en fosfórico, sulfúrico, mezclas de ellos con o sin ácido nítrico y mezclas
 10. de ácidos fosfórico y nítrico, caracterizado porque en una primera etapa, se introduce simultaneamente, por las partes superior e inferior de un aparato de contacto gas-líquido, un flujo descendente del ácido o mezcla de ellos y un flujo ascendente, en contracorriente, de amoniaco gaseoso, con o sin aire y/o vapor de
 15. agua, respectivamente, disponiéndose en dicho aparato de contacto gas-líquido, por lo menos, una zona para tal contacto en la que se mantiene una serie de elementos de peso ligero, sustancialmente de forma esférica,
 20. situados entre rejillas limitadoras o elementos simila
 - 25.
 - 30.



6 MAR. 1969

- res superior e inferior, que impiden el desplazamiento ascendente o descendente de aquellos por encima o debajo de niveles predeterminados, adaptándose dichos elementos de peso ligero para ser mantenidos en condición de flotación, turbulenta y suspendida por la citada contracorriente de amoniaco gaseoso; en una segunda etapa, se retira el producto amoniacado líquido resultante del extremo inferior de dicho aparato, y en una tercera y última etapa, el producto amoniacado líquido extraído del extremo inferior de dicho aparato de contacto gas-líquido, después de la reducción de su contenido en agua si fuese necesario, se trata para producir los citados fertilizantes.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dichos elementos esféricos se constituyen de politetrafluoretileno.
- 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dichos elementos esféricos se constituyen de politrifluoromonocloroetileno.
- 4ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicha contracorriente de amoniaco gaseoso se mantiene a una temperatura suficientemente baja, mediante adición a la misma de aire o amoniaco gaseoso fríos, para evitar la fusión, de gradación u otro daño de dichos elementos esféricos.
- 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el contenido en agua de dicho producto amoniacado líquido del extremo inferior del citado aparato de contacto gas-líquido, se reduce me-



6 MAR. 1969

dante paso de tal producto a través de un evaporador de bajo tiempo de retención, tal como un evaporador de película descendente.

5. 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque se pasa amoníaco gaseoso, con ó sin aire, a través del referido evaporador de bajo tiempo de retención, en contracorriente con el flujo del referido producto amoniacado líquido.

10. 7ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 5ª ó 6ª, caracterizado porque el exceso de amoníaco, con ó sin aire y/o vapor de agua, recuperado de dicho evaporador de bajo tiempo de retención constituye, o se añade a la contracorriente de amoníaco gaseoso alimentada a dicho aparato de contacto gas-líquido.

15. 8ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la alimentación de ácido en el referido aparato de contacto gas-líquido, se constituye por ácido nítrico.

20. 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque la alimentación ácida a dicho aparato de contacto gas-líquido se constituye por dos entradas separadas, una consistente en ácido nítrico, efectuándose la alimentación de ácido fosfórico en el referido aparato por un punto superior al de alimentación de ácido nítrico.

25. 10ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 8ª y 9ª, caracterizado porque el producto amoniacado líquido extraído del extremo inferior de dicho aparato de contacto gas-líquido se recicla a la citada alimentación de ácido nítrico en una cantidad sufi



6 MAR. 1969

ciente para mantener el pH de dicha alimentación ácida en un valor al que se mantiene el desprendimiento de vapores de ácido nítrico a un nivel deseablemente bajo.

5. 11ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque la alimentación de ácido a dicho aparato de contacto gas-líquido se constituye por ácido fosfórico y/o sulfúrico, el producto amoniacado líquido extraído del extremo inferior de dicho aparato de contacto gas-líquido se mezcla primeramente con ácido nítrico, se amoniacá la resultante mezcla y se trata la mezcla amoniacada para producir un fertilizante.

10. 12ª.- Procedimiento según la reivindicación 11ª, caracterizado porque la mezcla resultante se amoniacá en un neutralizador de tanque, tal como un neutralizador con tanque de libre ebullición, por medio de amoniacó gaseoso.

15. 13ª.-Procedimiento de obtención de sales amónicas para la producción de fertilizantes; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria y dibujos adjuntos.

20. Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina por una sola cara.

25. Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

GOMEZ ACEBO Y MODET

p. Firmado: F. Hernández Ruiz

6 MAR. 1969

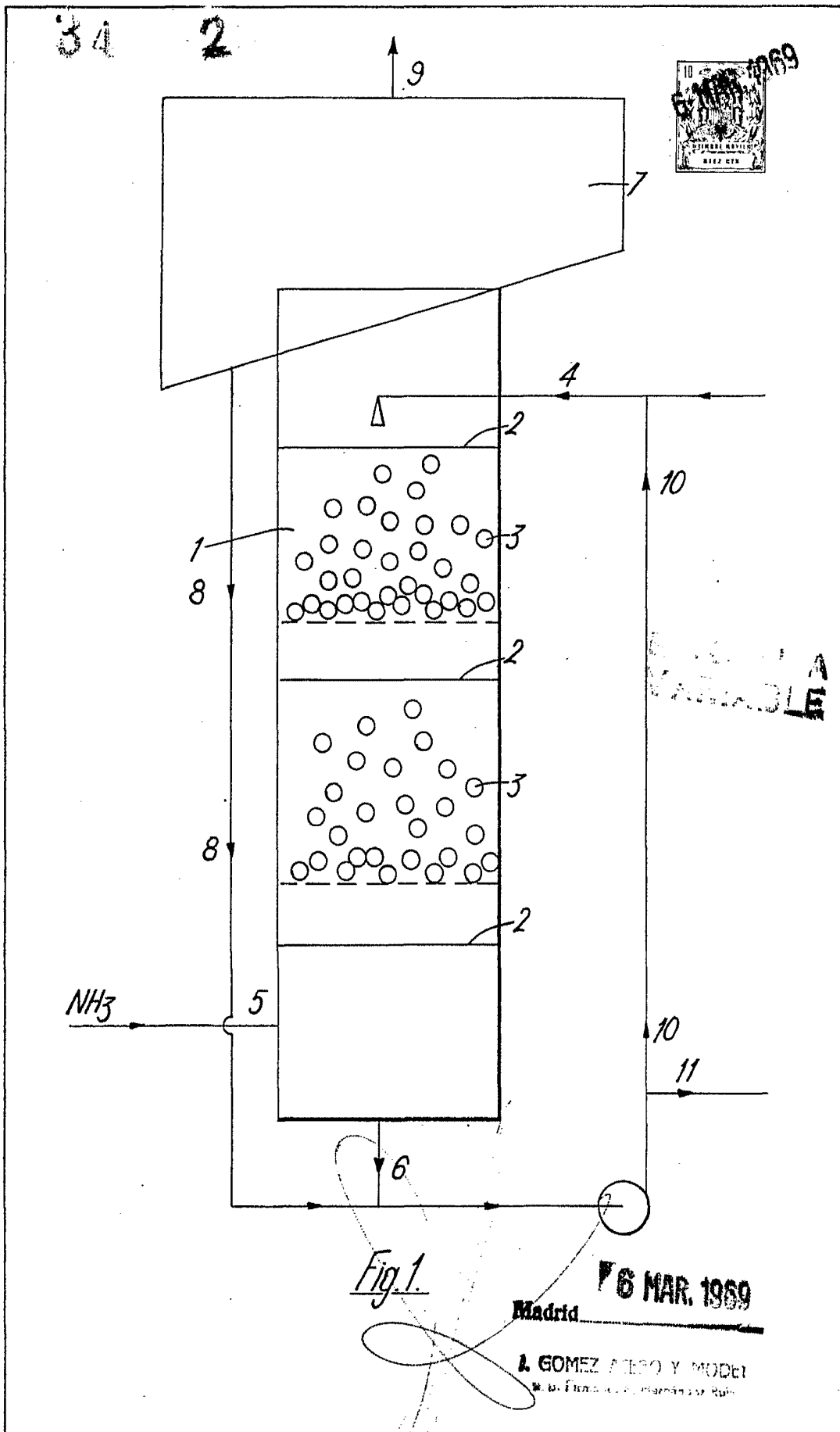
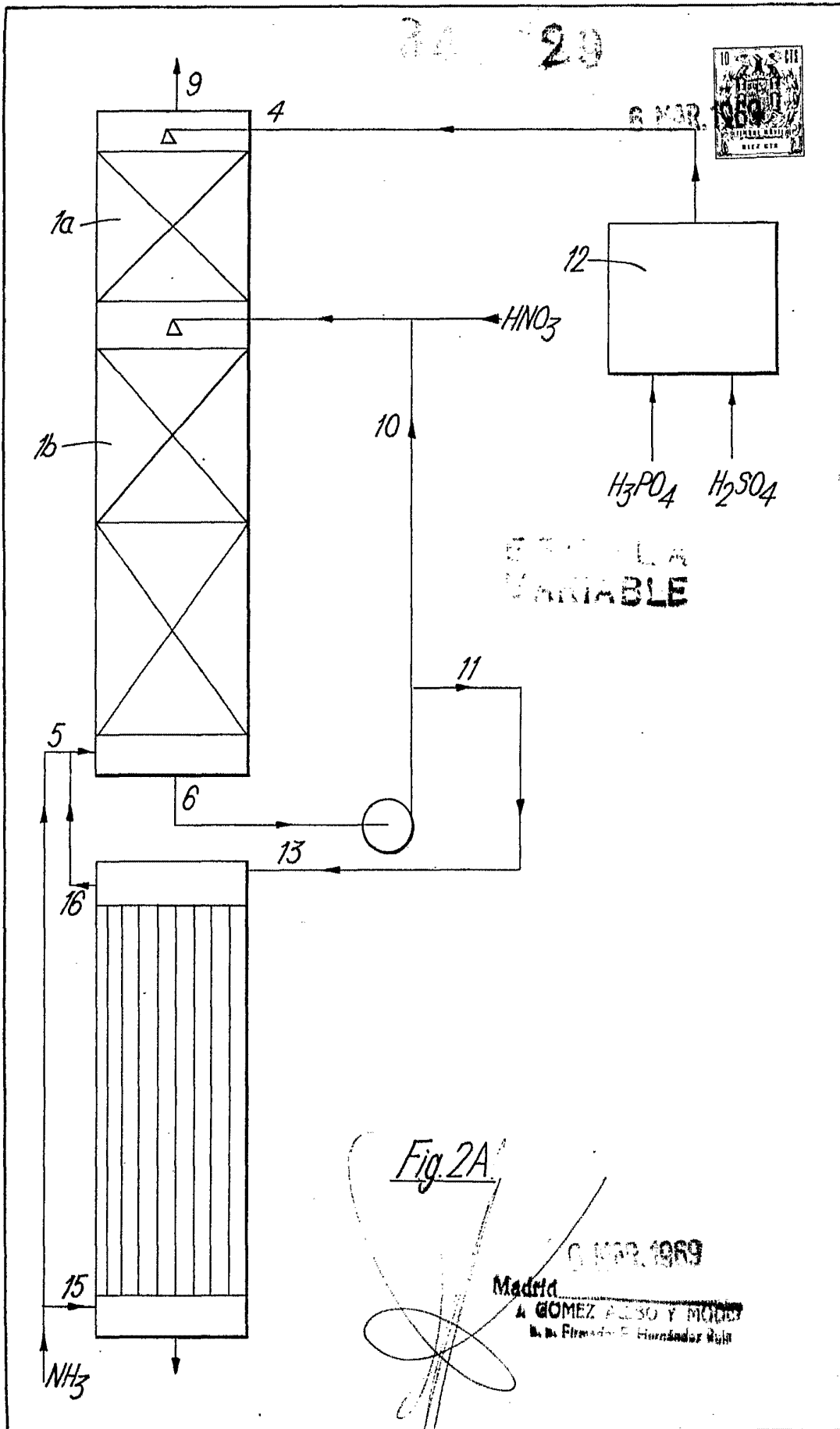


Fig. 1.

6 MAR. 1969
Madrid

J. GOMEZ ALERO Y MODELL
C. de Ingenieros de Caminos, 100. Madrid



34-29

6 MAR. 1969

ESCALA VARIABLE

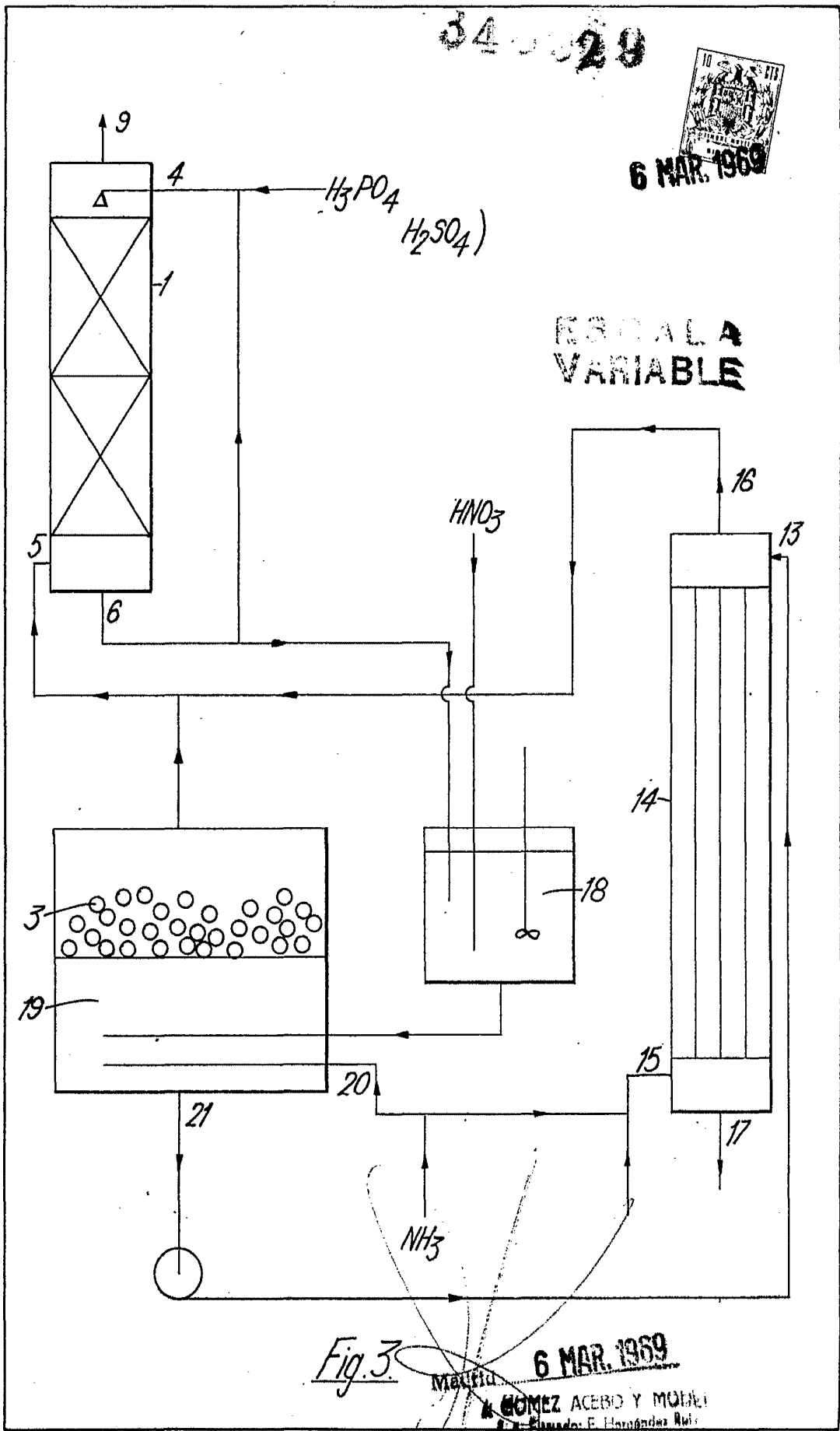


Fig. 3

6 MAR. 1969

MÓMEZ ACEDO Y MORA
E. E. Firmado: E. Hernández Ruiz