

403641

-5



P - 51.224

75-024-0

MEMORIA DESCRIPTIVA

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de MISSISSIPPI CHEMICAL CORPORATION

entidad norteamericana

Int. Cl. ² : C01C

con domicilio en Yazoo City, Mississippi, Estados Unidos de América.

por: "UN APARATO NEUTRALIZADOR DE BOMBEO POR PRESION Y SIFON TERMICO PARA NEUTRALIZAR EL ACIDO NITRICO CON AMONIACO"

(Clase Internacional COle)

403641



ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la Invención:

5

Esta invención se refiere a un aparato para neutralizar el ácido nítrico con amoníaco, mediante el cual se evita efectivamente la formación de la "neblina" usualmente asociada con tal neutralización.

10

Descripción de la técnica anterior

El nitrato de amonio se prepara usualmente neutralizando el ácido nítrico con amoníaco. En el procedimiento comercial usual, ésto se realiza alimentando continuamente una solución acuosa de ácido nítrico, y una corriente de amoníaco, a través de burbujeadores opuestos, dentro de un recipiente de neutralización que contiene una solución de los reactivos y de los productos. A medida que prosigue la neutralización, se aumenta la concentración del producto separando por ebullición el agua, mediante el calor exotérmico de la reacción, la cual se descarga entonces a la atmósfera. Una dificultad de esta técnica

15
20

403641

20



comercial, sin embargo, es que el calor exotérmico no solo separa por ebullición el agua, sino que produce la formación de una cantidad de humos similares a vapor, de nitrato de amonio microsubdividido, irrecuperable. Los humos, con amoníaco y ácido nítrico sin reaccionar, se descargan eventualmente a la atmósfera en forma de una "neblina" inconveniente. Esta neblina puede causar daños en el medio ambiente envenenando el aire circundante y destruyendo posiblemente la vida animal y vegetal próxima, y produciendo un efecto visual indeseable, lo que hace inconveniente la localización de una fábrica de neutralización en las cercanías de zonas habitadas.

La razón para la formación de la "neblina" parece ser que el calor exotérmico generado en la reacción de neutralización del ácido nítrico, vaporiza una cantidad de ácido, el cual se combina con el vapor del amoníaco para formar micropartículas de nitrato de amonio, las cuales son generalmente irre recuperables. Esta teoría parece sustentarse en la observación de que el grado de neblina de nitrato de amonio es aproximadamente proporcional a la cantidad de ácido nítrico vaporizado.

En vista de esta teoría, se consideró inicialmente la eliminación de la formación de la nebli-

na enfriando los contenidos del reactor de neutralización, para reducir la cantidad de ácido nítrico vaporizado. Aunque esta solución tuvo éxito en la reducción de la formación de la neblina, no ha demostrado ser
5 totalmente satisfactoria desde un punto de vista económico, ya que significa la pérdida del calor exotérmico necesario para evaporar el agua contenida en el reactivo débil y en consecuencia en la solución del producto.

10 El uso de más ácido nítrico diluido reduce en forma similar la formación de la neblina, pero significa que una cantidad substancialmente mayor de agua debe evaporarse a fin de concentrar eficazmente el nitrato de amonio producido hasta una concentración
15 utilizable.

Incapaz de solucionar el problema económicamente, eliminando la fuente del problema, la técnica recurrió entonces a varios lavadores, filtros y condensadores, diseñados para reducir la cantidad de nitrato de amonio y la cantidad de amoníaco y ácido nítrico sin reaccionar que escapaban a la atmósfera. Los
20 costos de tales equipos auxiliares no solamente fueron altos y los costos de mantenimiento del equipo elevados, sino que estos sistemas de la técnica anterior fueron
25 incapaces de eliminar suficiente cantidad de micropar-



tículas de nitrato de amonio para reducir la neblina a niveles aceptablemente bajos, a menos que se efectuara una condensación total del gas, lo cual daba como resultado cantidades indeseablemente altas de material residual que era descargado en la corriente de aguas residuales.

Se hicieron numerosos intentos para diseñar de nuevo el equipo básico de neutralización del ácido nítrico, de modo que se pudiera reducir la volatilización del ácido nítrico sin afectar perjudicialmente la concentración del producto. Ninguno de los sistemas de la técnica anterior resultó sin embargo ser enteramente satisfactorio para proporcionar un diseño comercialmente aceptable que redujese suficientemente el nivel de formación de la neblina.

Los intentos de tal nuevo diseño de los equipos datan de tan antiguo como 1939, con el neutralizador de Fausser, solicitud de Patente Estadounidense Número de Serie 306.071 publicada bajo el "Alien Property Control Act". En este diseño el reactor comprendía una zona central de reacción localizada concéntricamente dentro de un recipiente en una comunicación de flujo de fluido con él. El ácido nítrico se introducía directamente en la zona central a través de un burbujeador localizado aproximadamente adyacente a la entrada de

403641

20



la zona central. Se introducía amoníaco en el recipiente a alguna distancia de la entrada a la zona central, y se efectuaba la neutralización a medida que el amoníaco entraba en la zona central, desde el recipiente exterior. Aunque tal diseño redujo el grado de volatilización del ácido, fue insuficiente para proporcionar un nivel aceptablemente bajo de neblina. Además, este sistema requería un mezclador de eje vertical para hacer circular la solución acuosa entre la zona central y el recipiente exterior, el cual era ineficaz y aumentaba el costo del producto.

Posteriormente se desarrollaron otros sistemas tales como los expuestos en la Patente Japonesa Nº 15.292/68 y la Patente Noruega Nº 15.958 que también usaban una zona central del tipo Fausser, pero ellas, igualmente, alimentaban el ácido nítrico en concentraciones altas directamente en el centro donde ocurría la neutralización. Todos los sistemas de estas técnicas anteriores eran inadecuados, ya que una alta concentración del ácido nítrico se hacía reaccionar con el amoníaco y en consecuencia el calor de reacción era suficientemente alto para producir grados altos de volatilización del ácido.

Existía en consecuencia una necesidad de un medio de neutralizar el ácido nítrico con amoníaco de

403641

20



manera económicamente eficaz, con una formación mínima de neblina nociva de nitrato de amonio.

Consécutamente, un objeto de la invención es proporcionar un método económicamente viable para la neutralización del ácido nítrico con amoniaco, que reduce al mínimo el grado de formación de neblina, hasta niveles aceptablemente bajos.

Otro objeto de la invención es proporcionar un aparato para realizar dicho método, el cual es de diseño sencillo, y que no requiere equipo auxiliar de lavado para reducir la formación de neblina a niveles aceptablemente bajos.

Estos y otros objetos se han logrado ahora aquí, proporcionando un aparato y un método mediante el cual el ácido nítrico se diluye en una primera zona de reacción, la cual es contigua, y está en comunicación de flujo con una segunda zona de reacción; alimentar el amoniaco en las proximidades de la entrada a la segunda zona de reacción, y conducir la porción predominante de la neutralización, dentro de la segunda zona de reacción. La circulación entre la primera y la segunda zona se efectúa por sifón térmico y desplazamiento de presiones debido al calor exotérmico liberado durante la neutralización, y por la diferencia de densidades entre la solución del producto,

403641



5 comparada con la solución del reactivo. Alinean-
do apropiadamente la entrada de admisión del amoníaco con la entrada de admisión a la segunda zona,
puede crearse un estrechamiento del tipo Vénturi para mejorar la mezcla y aumentar la velocidad de recirculación. En una realización, se proveen medios dentro de la segunda zona de reacción
y/o dentro de los medios de admisión del amoníaco, para permitir la recuperación de al menos una porción mayor de cualquier gas amoníaco atrapado dentro de la corriente de vapor generada por el calor exotérmico de neutralización.

10

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

15

La FIGURA 1 es una vista esquemática del neutralizador de la presente invención;

20

La FIGURA 2 es una vista esquemática del neutralizador de la presente invención con sus sistemas auxiliares de admisión y descarga;

25

La FIGURA 3 es un corte del fondo del neutralizador de la presente invención que muestra el uso de una inserción del embudo emplazado dentro de la segunda zona de reacción, para permitir la recuperación del gas amoníaco atrapado dentro del vapor



403641

de agua generado. Esta figura también muestra el uso de un sistema opcional de paletas propulsoras emplazado dentro de la segunda zona de reacción, para efectuar la agitación turbulenta del líquido ascendente para permitir el contacto aumentado gas-líquido; y

La FIGURA 4 es un corte del fondo del neutralizador de la presente invención, que muestra una envolvente cónica localizada alrededor del conducto de admisión del amoníaco para reducir la formación de corrientes en remolino y hacer suave el flujo del líquido dentro de la segunda zona de reacción.

DESCRIPCION DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

De acuerdo con la presente invención, se hace reaccionar ácido nítrico de concentración suficientemente baja, con amoníaco, de modo que se inhibe la vaporización del ácido nítrico. Dado que el ácido nítrico se mantiene esencialmente en estado líquido, el nitrato de amonio que se está formando estará igualmente en estado líquido, y no en el estado vapor, ó microsubdividido indeseable.

Cuanto menor sea la concentración del áci-

403641

20



do, menor será la cantidad del ácido vaporizado. Se presenta alguna reducción en la "neblina" cuando la concentración del ácido nítrico en el momento de la reacción es tan baja como el 15%, pero la reducción
5 substancial de la neblina comienza a presentarse cuando la concentración del ácido nítrico es menor del 2%. Se obtienen resultados excepcionalmente superiores a concentraciones de ácido entre 0,5 y 1,0%, y más preferiblemente, para los mejores resultados, la
10 concentración del ácido deberá ser de 0,5% o menos.

Dado que la concentración del nitrato de amonio producido en los sistemas de la técnica anterior dependía generalmente de la concentración del ácido, es muy sorprendente que el presente sistema
15 pueda lograr una concentración aceptablemente alta del producto sin sacrificar la economía de la instalación industrial. Además, el presente sistema puede reducir la formación de la neblina de nitrato de amonio por debajo de niveles de aproximadamente solo
20 0,1% en peso, o menos, del efluente gaseoso de chimenea, ó tan bajo como varias partes, por millón del aire.

Conreferencia a la FIGURA 1 que es una vista esquemática del sistema de reacción 1 de la
25 presente invención, el ácido nítrico entra por el con

403641

20 DEC. 1972



ducto de admisión 3 a una primera zona de reacción
5 del recipiente de reacción 2 a través del burbu-
jeador 7. Una segunda zona de reacción 11 se define
por un miembro cilíndrico alargado impermeable al
fluido 10 y está provisto de una entrada 9 y una
salida 12. El miembro cilíndrico 10 está colocado
dentro del recipiente de reacción 2 de modo que cuan-
do el recipiente 2 contiene un medio acuoso, la en-
trada 9 del miembro 10 estará por debajo del nivel
del medio en la primera zona de reacción, y la sa-
lida 12 de dicho miembro cilíndrico estará por en-
cima del nivel del medio.

El burbujeador 7 de ácido nítrico muestra-
do en la Figura 1 consiste de cuatro tubos que se
cruzan transversalmente, conteniendo cada uno una
pluralidad de orificios de diámetro pequeño para el
ácido nítrico. La configuración exacta de la entra-
da para el ácido nítrico no es crítica, pudiendo
sin embargo tomar una variedad de formas apropia-
das para alimentar el ácido nítrico a una velocidad
controlada, tal como una admisión tubular simple ó
un burbujeador anular.

El ácido que entra en la primera zona
de reacción 5 puede estar altamente diluido, ó pue-
de estar en forma altamente concentrada. Para la

403641



mayor eficacia, el ácido deberá estar aproximadamente a concentraciones comerciales de entre 55 y 60%, lo que permite la producción de nitrato de amonio en concentraciones de 77 a 84% que es una forma comercial utilizable. Sin embargo, pueden usarse concentraciones inferiores o mayores. La única limitación es que la abertura de admisión del ácido deberá estar situada a una distancia suficiente desde la entrada 9 a la segunda zona de reacción 11 de modo que cuando el ácido nítrico entre en la segunda zona de reacción 11, tenga la deseada concentración que se especificó antes.

La concentración del ácido nítrico que entra en la segunda zona 11 es una función de la velocidad de recirculación entre la segunda zona 11 y la primera zona 5, de la distancia entre el burbujeador de entrada 7 del ácido nítrico, y la entrada de la segunda zona de reacción 9, y la concentración del ácido nítrico que entra al sistema a través del burbujeador 7. Puede proveerse algún control adicional de la concentración de entrada a la segunda zona, incorporando tabiques entre el burbujeador 7 y la entrada 9, o variando por otros medios el grado de turbulencia en la primera zona de reacción.

El amoníaco se introduce en el sistema 1

403641



a través de un burbujeador de admisión de amoníaco 15. Puede usarse bien sea vapores de amoníaco o hidróxido de amonio líquido o vapor, como fuente de amoníaco. El gas de admisión, o los vapores pueden contener cantidades de carbonato, dióxido de carbono o gas inerte, dependiendo de la fuente de suministro, o dependiendo del grado de la concentración deseada. Una fuente buena de suministro de amoníaco, es el gas de desprendimiento de las fábricas de úrea.

10 El amoníaco entra a las proximidades de la entrada 9, de la segunda zona de reacción. Se prefiere alimentar el amoníaco en la primera zona de reacción justamente adyacente a la entrada 9 y en la dirección de esta entrada. Espaciando apropiadamente la entrada de admisión 15 del amoníaco, de la entrada 9 de la segunda zona de reacción, puede crearse un estrechamiento X que proporcionará un efecto similar al de tipo Venturi para la solución que entra en la segunda zona de reacción 11, que sirve para aumentar la velocidad de circulación y el grado de turbulencia, y en consecuencia aumenta la mezcla de los reactivos amoníaco y ácido nítrico. El espaciamiento real X dependerá del tamaño de la unidad particular y de la relación entre el diámetro de las paredes del miembro cilíndrico 10 al diámetro de las paredes de la abertura de

403641



5 admisión para el amoníaco 17. Cuanto más grande el
valor de X, menor será el efecto Venturi y menor
será la caída de presión. Naturalmente si la rela-
ción del diámetro se acerca a 1:1, y la distancia
X es muy pequeña, la velocidad de recirculación se
puede hacer próxima a cero.

10 Los diámetros respectivos del diámetro
interior del recipiente de reacción 2, que definen
la primera zona de reacción 5, y el diámetro exter-
no de las paredes del miembro cilíndrico 10, ten-
drán también un efecto sobre el grado de caída de
presión en el sistema. La relación del diámetro
del recipiente 2 al diámetro del miembro cilíndri-
co 10 deberá ser lo suficientemente pequeña para crear
15 suficiente turbulencia en la solución recirculante,
pero lo suficientemente grande para que la caída
de presión del sistema no sea excesiva. Relacio-
nes apropiadas se han encontrado en los margenes
de 1,5:1 a 4:1.

20 Aunque la segunda zona de reacción 11
se muestra en los dibujos como definida por un so-
lo miembro cilíndrico 10 puede usarse un haz con-
sistente de una pluralidad de miembros cilíndri-
cos, ésto es, 3 ó 4 de tales miembros para lograr
25 diferentes efectos de presión. Los varios miembros

403641

203



10 pueden separarse por una distancia finita dentro
del recipiente 2, o pueden unirse en una disposición
circular. Cuando se usa más de un miembro 10, puede
usarse una sola abertura de admisión 17, o pueden
5 usarse múltiples entradas, una para cada miembro, o
una para varios miembros.

La abertura de la entrada del amoníaco
15 puede ser simplemente un tubo abierto, pero prefe-
riblemente se construye de modo que el amoníaco se
disperse uniformemente en el medio. Se han obtenido
buenos resultados con un tamiz 19 de malla N^o 4 (aber-
tura de mallas 4,76 mm.) que tiene un 16,6 por cien-
to de área abierta.

Es posible introducir el amoníaco directa-
15 mente en la segunda zona de reacción 11, pero ésto
disminuiría el grado de mezcla y turbulencia, y dis-
minuiría la velocidad de recirculación, y podría dar
por resultado pérdidas aumentadas de chimenea. Con-
secuentemente, la introducción de amoníaco directa-
20 mente en la segunda zona 11 es aceptable, pero es al-
go menos eficaz.

Dado que el amoníaco, en el diseño prefe-
rido se introduce exactamente por fuera de la segun-
da zona de reacción 11, la neutralización se inicia-
25 rá realmente en la primera zona 5, delante de la en-

403641

20



trada 9. Sin embargo, la cantidad predominante de neu
tralización ocurrirá dentro de la segunda zona de reac
ción 11.

5 El calor exotérmico liberado por la reac-
ción de neutralización hará hervir el agua, pero de-
bido a la baja concentración de ácido, se restringi-
rá la vaporización del ácido nítrico.

10 La recirculación entre la primera y la se-
gunda zonas de reacción 5 y 11, se efectúa por la ele-
vación turbulenta de los gases a través del medio acu-
so dentro de la segunda zona de reacción 11, que actúa
como un desplazador de aire o bomba de presión. La re-
circulación se efectúa también por la densidad reduci-
da de la solución en la segunda zona de reacción 11,
15 comparada con la de la primera zona de reacción 5, que
imparte una altura piezométrica impulsadora que hará
que la solución irrumpa hacia arriba a través de la
salida 12, de modo que rebose por encima del nivel del
medio en la primera y segunda zonas de reacción.

20 Puede colocarse un deflector curvilíneo 21
por encima de la salida 12 para desviar la solución
hacia abajo, de nuevo dentro de la primera zona de reac-
ción 5. Los gases, que contienen posiblemente líquido
atrapado, pasarán rodeando al deflector y proseguirán
25 hacia afuera del sistema a través de la abertura



20

403641

de descarga para el vapor 23. El deflector 21 deberá colocarse de modo que no afecte adversamente la circulación de la solución. Si se sitúa demasiado alto por encima de la segunda abertura de descarga de la segunda zona de reacción 12, perderá su efectividad para devolver el líquido de nuevo a la primera zona de reacción.

Cuando se coloca apropiadamente, el líquido saldrá del deflector en una "lámina" o película continua, de modo que los gases que pasan alrededor del deflector, estarán forzados a pasar a través de la cortina de líquido que sirve entonces para retirar la mayor parte del líquido atrapado.

El uso de un deflector es sin embargo opcional, y puede obtenerse el mismo efecto extendiendo la columna entre el medio líquido y la abertura de salida del vapor lo suficiente, para que el líquido atrapado pueda aglomerarse y caer nuevamente al primer sistema de reacción.

Los gases procedentes de la reacción pueden descargarse directamente a la atmósfera, ya que la cantidad de nitrato de amonio, amoníaco, y ácido nítrico atrapado en los vapores es muy bajo, y dentro de los límites ecológicamente aceptables.

Si se desea, sin embargo, pueden pasarse

403641

20



5 los gases a través de un separador de neblina de tipo de malla para recuperar aún más cualquier partícula de líquido atrapada. Cualquier líquido atrapado en la malla se deja gotear nuevamente a la primera zona de reacción 5.

10 Puede ser deseable aumentar el diámetro del recipiente de reacción por encima del deflector, en comparación con el diámetro del recipiente por debajo del deflector, para reducir la velocidad espacial de los vapores suficientemente para que una cantidad grande de líquido atrapado en los vapores sea capaz de desprenderse como gotas del vapor, y caer de nuevo en la primera zona de reacción.

15 Cualquiera de los separadores ó lavadores convencionales pueden adicionarse al sistema para separar aún más el ácido nítrico o amoníaco en fase vapor o en fase líquida. Es extremadamente antieconómico y difícil separar cualquier nitrato de amonio en estado de vapor o microsubdividido en los vapores de descarga, y consecuentemente la técnica de neutralización por sí misma, debe ser capaz de evitar la formación de tal material en estado de vapor o microsubdividido dentro de límites aceptables.

25 Cuando la unidad se hace funcionar con eficacia razonable, las pérdidas de nitrato de amo-

403641

20 D



nio en los gases de descarga pueden ser tan bajas como 0,1% ó menores.

5 Se provee una abertura de descarga para rebose del nitrato de amonio 27, en o cercana al nivel superficial de la solución en la primera zona de reacción 5, para retirar el producto del sistema. La localización particular para la abertura de descarga del producto 27 no es crítica, pero deberá estar por encima del nivel de la abertura de admisión 3 del ácido
10 nítrico.

El ácido nítrico que entra por el burbujeador 7 se diluye al ser mezclado con la solución del nitrato de amonio recirculado desde la segunda zona de reacción 11. A medida que el ácido nítrico entra
15 en la segunda zona de reacción 11, es neutralizado y eliminado por el amoníaco. La concentración del ácido en el medio acuoso, en consecuencia, se reduce considerablemente a medida que deja la segunda zona y regresa a la primera zona. Cuanto mayor sea la velocidad de recirculación, menor será la concentración del ácido que entra en la segunda zona. Naturalmente, la velocidad de recirculación es dependiente de muchas variables, incluyendo la concentración del ácido nítrico de entrada, la distancia de separación entre los
20 burbujeadores de ácido nítrico y amoníaco, el tamaño
25

403641

20



del equipo etc.

Se han obtenido buenos resultados cuando la primera zona de reacción 5 contiene 125 kilos de recirculado por kilo de alimentación de ácido nítrico comercialmente producido, lo que corresponde a 0,05% de ácido nítrico en la salida de la segunda zona.

Bajo control automático del pH, no es factible hacer funcionar el neutralizador bajo condiciones neutras; siempre habrá algo de ácido libre o de amoníaco, en el producto. Si la concentración de amoníaco o de ácido nítrico en el producto se deja desviar demasiado del punto neutro, sin embargo, las pérdidas de chimenea pueden llegar a ser severas, y parecen aumentar exponencialmente con la concentración del ácido. Se ha encontrado también que se presentan más pérdidas de chimenea de nitrato de amonio, cuando la reacción se lleva a cabo en forma ligeramente ácida, que cuando se lleva a cabo en forma ligeramente básica.

Si la reacción se conduce en el lado ácido, la presión de vapor del ácido nítrico sobre la solución hirviente de ácido nítrico-nitrato de amonio acuosa, será primordialmente una función de la relación ácido nítrico-a-agua, en la solución. A medida que aumenta la concentración de nitrato de amonio, manteniéndose una concentración constante de ácido, y una velo-

403641



5 cidad constante de recirculación, la vaporización del ácido nítrico aumentará debido a la relación incrementada de ácido nítrico/agua. El resultado práctico es que a medida que la concentración del producto aumenta, el grado de vaporización del ácido nítrico aumenta. Para subsanar esta pérdida incrementada de ácido nítrico, debe aumentarse la velocidad de circulación para reducir la relación ácido nítrico/agua, y reducir en consecuencia la presión de vapor ácido, pero hay un límite práctico en cuanto al grado de recirculación posible.

10

Naturalmente, cuando el sistema se hace funcionar con exceso de amoníaco, la reacción de neutralización empezará tan pronto como el ácido entre a la primera zona de reacción, pero el grado de neutralización usualmente es insignificante comparado con el grado de neutralización dentro de la segunda zona de reacción. Esta neutralización previa naturalmente es beneficiosa en cuanto reduce además directamente la concentración del ácido y produce una turbulencia y recirculación aumentada lo que reduce aún más la concentración del ácido.

15

20

Al diseñar el equipo la segunda zona de reacción deberá dimensionarse apropiadamente, de

25

403641



modo que el tiempo de residencia en esta zona sea suficiente para permitir que la reacción prosiga hasta completarse substancialmente, antes de que la solución salga hacia el deflector.

5 El nivel de la solución circundante deberá ajustarse a una altura apropiada para proporcionar una velocidad de recirculación adecuada. En general, cuanto más bajo el nivel del líquido, más lenta será la velocidad de recirculación, ya que
10 será más pequeña la altura piezométrica. Cuanto más largo el miembro cilíndrico 10, definido en la segunda zona de reacción 11, mayor será las pérdidas por fricción dentro de la zona y más lenta será la velocidad de recirculación.

15 Aunque se ha hecho mención del neutralizador de esta invención, como un neutralizador de sifón térmico, la acción de bombeo que provee la recirculación entre la primera y segunda zona de reacción es realmente una combinación de dos mecanismos: (1) el sifón térmico, y (2) la bomba de desplazamiento de aire. A medida que el amoníaco
20 entra en el neutralizador, el líquido fluyente es inducido a la manera de una bomba de desplazamiento de aire. La reacción entre el amoníaco y el ácido genera vapor de agua en la segunda zona de reac
25

403641

20



ción el cual alimenta la bomba de aire. La temperatura y las diferencias de densidad del material dentro y fuera de la zona segunda de reacción induce el flujo a manera de un rehervidor de sifón térmico.

5 Se ha encontrado que algo del gas amoníaco de admisión quedará atrapado en el vapor generado, y a menos que se separe de otro modo, será transportado en la corriente de gas de descarga. La cantidad de amoníaco que entra en la corriente de descarga es usualmente pequeña y no necesariamente inconveniente. Sin embargo se ha encontrado que puede eliminarse una porción mayor de amoníaco en el gas de descarga colocando fijamente un embudo 40 entre las paredes 10 de la segunda zona de reacción 11, como se muestra en la FIGURA 3. El embudo 40 es de una configuración generalmente tronco-cónica, teniendo una porción cilíndrica 44 en el vértice de la porción cónica 42. El grado de inclinación de la porción cónica 42 no es particularmente crítico, aunque se ha encontrado que es necesario algún grado de inclinación para reducir las caídas debidas a pérdidas de entrada. Además la sección inclinada aumentará la velocidad de circulación dentro de la segunda zona de reacción 11, de modo que la velocidad de circulación será intermedia respecto a la mayor velocidad que se

10

15

20

25

403641

20



5 produciría sin la presencia de un embudo 40, y la
velocidad algo más reducida que prevalecería si
la inserción fuera solamente de configuración ci-
lindrica. Se ha explicado que el efecto del embu-
do es reforzar el contacto del amoníaco gaseoso
con el medio líquido de modo que más amoníaco se
disolverá en el líquido, y en consecuencia lo po-
ne a disposición de la reacción con el ácido ní-
trico. De acuerdo con esta teoría, la porción ma-
10 yor del amoníaco reaccionará con el ácido nítri-
co en el punto de la mayor concentración de amo-
níaco, ésto es, en la proximidad de la entrada
a la segunda zona de reacción 11. El calor exotér-
mico generará vapor de agua que arrastrará algo
15 del amoníaco hasta y a través del embudo 40. La
expansión repentina de los gases en el extremo
de salida del embudo disminuirá la velocidad de
flujo de gas y/o producirá turbulencia incremen-
tada aumentando en consecuencia la distribución
20 y disolución del gas amoníaco en el líquido.

25 Cuando se usa una configuración del
tipo embudo es deseable que las porciones incli-
nadas de la sección cónica 42 se extiendan más
allá de las paredes 10 de la segunda zona de reac-
ción 11, a fin de reducir la desviación del gas

403641



alrededor de la entrada a la zona de reacción 9. El ángulo de inclinación de la sección extendida 43 puede ser de un ángulo igual ó diferente al de la inclinación de las paredes cónicas.

5 En una realización de esta invención, se ha encontrado que se obtienen buenos resultados cuando el diámetro interno de la segunda zona de reacción 11 es de 60,96 centímetros el diámetro de la porción cónica 42 del embudo 40 es de 45,72
10 centímetros, la inclinación de la sección cónica es de 30 grados, y las paredes de la sección cónica se extienden cerca de 5,08 centímetros más allá de las paredes 10 de la segunda zona de reac
15 ción 11. Estos tamaños particulares sin embargo, son simplemente ilustrativos y no se destinan para tomarse como limitaciones del invento. Otro método de recuperar el amoníaco atrapado, de los vapores acuosos generados, es insertar tabiques espaciados apropiados del tipo espiral (no mos-
20 trados) dentro de la segunda zona de reacción 11, o dentro de la porción cilíndrica 42 del embudo 40, lo que hará que se arremoline la mezcla líquido-gas ascendente. El movimiento de rotación im-
25 la turbulencia, y en consecuencia aumentará el con

403641



5 tacto gas-líquido. En lugar de tabiques pueden em-
plazarse aspas del tipo impulsor 50, montadas so-
bre soportes 51, dentro de la segunda zona de reac-
ción 11, como se muestra en la FIGURA 3, ó dentro
de la porción cilíndrica 42 del embudo 40 (no mos-
trada), para lograr el mismo tipo de movimiento
turbulento.

10 En otra modificación de esta invención,
pueden insertarse medios en la vecindad de la en-
trada del aménico 17 que reducirán la extensión
de la formación de corrientes en remolino en las
paredes 17, suavizando en consecuencia el flujo del
líquido circulante en la segunda zona de reacción
11. Como se muestra en la FIGURA 4, estos medios
15 pueden tomar la forma de una envolvente de configu-
ración cónica 53 que rodea el tubo de adición
17.

20 Habiendo ya descrito la invención gené-
ricamente, puede obtenerse un ulterior entendimien-
to haciendo referencia a los Ejemplos específicos
que se dan aquí solamente con fines ilustrativos
y no se pretende limitar a ellos la invención de
ninguna manera.

25 Los siguientes ejemplos se discutirán
en relación al esquema de la FIGURA 2. El ácido

403641

20



nítrico de cerca del 55% de concentración, entra al sistema I a través de la conducción 31. El gas amoníaco entra a través de la conducción 32. Una corriente secundaria de alimentación 37
5 alimenta el material recuperado del lavador separador (no mostrado). Esta corriente de alimentación, es naturalmente, opcional en el proceso.

El nitrato de amonio producido se recupera a través de la conducción 35 y el vapor de
10 agua y los subproductos gaseosos se descargan a través de la conducción 36. Una corriente de agua 34 puede alimentarse a la corriente de vapor de descarga para desrecalentar la corriente de vapor cuando se usa el lavador opcional. La corriente de vapor 33 se descarga a la atmósfera.
15

En las siguientes Tablas se muestran los resultados de varios ensayos, bajo condiciones ácidas y básicas.

20

25



473041

013041

5 TABLA I: FLUJOS DE PROCESO CON PRODUCTO LIGERAMENTE

ACIDO (0.1% EN PESO)

5	COMPONENTE	31	32	33	34	35	36	37
		CORRIENTE						
	NH ₃	-	2.203	4,5	-	-	4,5	-
	HNO ₃	8.026	-	-	-	15	-	3,6
	H ₂ O	6.146	1.146	4.357	-	3.965	4.357	1.021
10	CO ₂	-	355	355	-	-	355	-
	NHNO ₃	-	-	4,5	-	11.585	4,5	1.415
	Aire	-	-	-	-	-	-	-
	Total (Norm.)	14.172	3.715	4.722	-	15.566	4.722	2.440
	Total (Max.)	22.567	10.783	8.490	182	23.154	8.490	2.996
15	Temperatura (°C)	41	60	126	27	126	126	94
	Presión Kg/cm ² manométricos	-	-	0,014	-	-	0,014	-
	Conc. %	56,63	-	-	-	75	-	58
	Densidad	1,326	-	-	1,0	1,295	-	1,23
	Punto de Fusión °C	-	-	-	0	-	-	-
20	Punto de Ebul. °C	-	-	-	100	126	-	114
	Flujo litros/minuto	178	-	-	-	200	-	28
	Flujo m ³ /min. (promedio)	-	104,6	-	-	-	-	-

403641

TABLA I: FLUJOS DE PROCESO CON PRODUCTO LIGERAMENTE

ACIDO (0.1% EN PE

	CORRIENTE	31	32	33	34	3
5	COMPONENTE					
	NH ₃	Kgs/hora	-	2.203	4,5	-
	HNO ₃	Kgs/hora	8.026	-	-	1
	H ₂ O	Kgs/hora	6.146	1.146	4.357	-
10	CO ₂	Kgs/hora	-	355	355	-
	NHNO ₃ ⁻	Kgs/hora	-	-	4,5	-
	Aire	Kgs/hora	-	-	-	-
	Total	(Norm.)	14.172	3.715	4.722	-
	Total	(Max.)	22.567	10.783	8.490	182
15	Temperatura	(°C)	41	60	126	27
	Presión	Kg/cm ² manométricos	-	-	0,014	-
	Conc. %		56,63	-	-	-
	Densidad		1,326	-	-	1,0
	Punto de Fusión	°C	-	-	-	0
20	Punto de Ebul.	°C	-	-	-	100
	Flujo	litros/minuto	178	-	-	-
	Flujo	m ³ /min. (promedio)	-	104,6	-	-

25



403647

ENTE

ACIDO (0.1% EN PESO)

	33	34	35	36	37
	4,5	-	-	4,5	-
	-	-	15	-	3,6
146	4.357	-	3.965	4.357	1.021
355	355	-	-	355	-
	4,5	-	11.585	4,5	1.415
	-	-	-	-	-
715	4.722	-	15.566	4.722	2.440
783	8.490	182	23.154	8.490	2.996
60	126	27	126	126	94
	0,014	-	-	0,014	-
	-	-	75	-	58
	-	1,0	1,295	-	1,23
	-	0	-	-	-
	-	100	126	-	114
	-	-	200	-	28

6



403041

Tabla de Flujos de Proceso con Producto LIGERAMENTE AMONIACAL

	CORRIENTE	31	32	33	34	35	36	37
5 COMPONENTES								
NH ₃	Kgs/hora	-	2.203	45	-	0,14	45	-
NH ₄ O	Kgs/hora	8.026	-	"	-	"	-	39
H ₂ O	Kgs/hora	6.146	1.156	4.357	-	3.930	4.357	986
CO ₂	Kgs/hora	-	355	355	-	-	355	-
NH ₄ NO ₃	Kgs/hora	-	-	1,4	-	11.648	1,4	1.415
Aire	Kgs/hora	-	-	-	-	-	-	-
Total	(NORM.)	14.172	3.715	4.760	-	15.578	4.760	2.440
Total	(MAX.)	22.567	10.783	8.490	182	23.154	8.490	2.996
Temperatura	°C	41	60	126	27	126	126	94
Presión	Kg/cm ² manométricos	-	-	0,014	-	-	0,014	-
Conc.	%	56,63	-	-	-	75	-	58
Densidad	°C	1,326	-	-	1,0	1,295	-	1,23
Punto de Fusión	°C	-	-	-	0	-	-	-
Punto de Ebull.	°C	-	-	-	100	126	-	-
Flujo	litros/minuto	178	-	-	-	202	-	28
		134,6	-	-	-	-	134,6	-

403341

TABLA II-FLUJOS DE PROCESO CON PRODUCTO

LIGERAMENTE AMON

	CORRIENTE	31	32	33	34	35	
5	COMPONENTES						
	NH ₃	Kgs/hora	-	2.203	45	-	0
	NHO ₃	Kgs/hora	8.026	-	..	-	-
	H ₂ O	Kgs/hora	6.146	1.156	4.357	-	3
10	CO ₂	Kgs/hora	-	355	355	-	-
	NHNO ₃	Kgs/hora	-	-	1,4	-	1
	Aire	Kgs/hora	-	-	-	-	-
	Total	(NORM.)	14.172	3.715	4.760	-	1
15	Total	(MAX.)	22.567	10.783	8.490	182	2
	Temperatura	°C	41	60	126	27	1
	Presión	Kg/cm ² manométricos	-	-	0,014	-	-
	Conc.	%	56,63	-	-	-	7
	Densidad		1,326	-	-	1,0	1,
20	Punto de Fusión	°C	-	-	-	0	-
	Punto de Ebull.	°C	-	-	-	100	1:
	Flujo	litros/minuto	178	-	-	-	20
					134,6	-	-
25							

403041



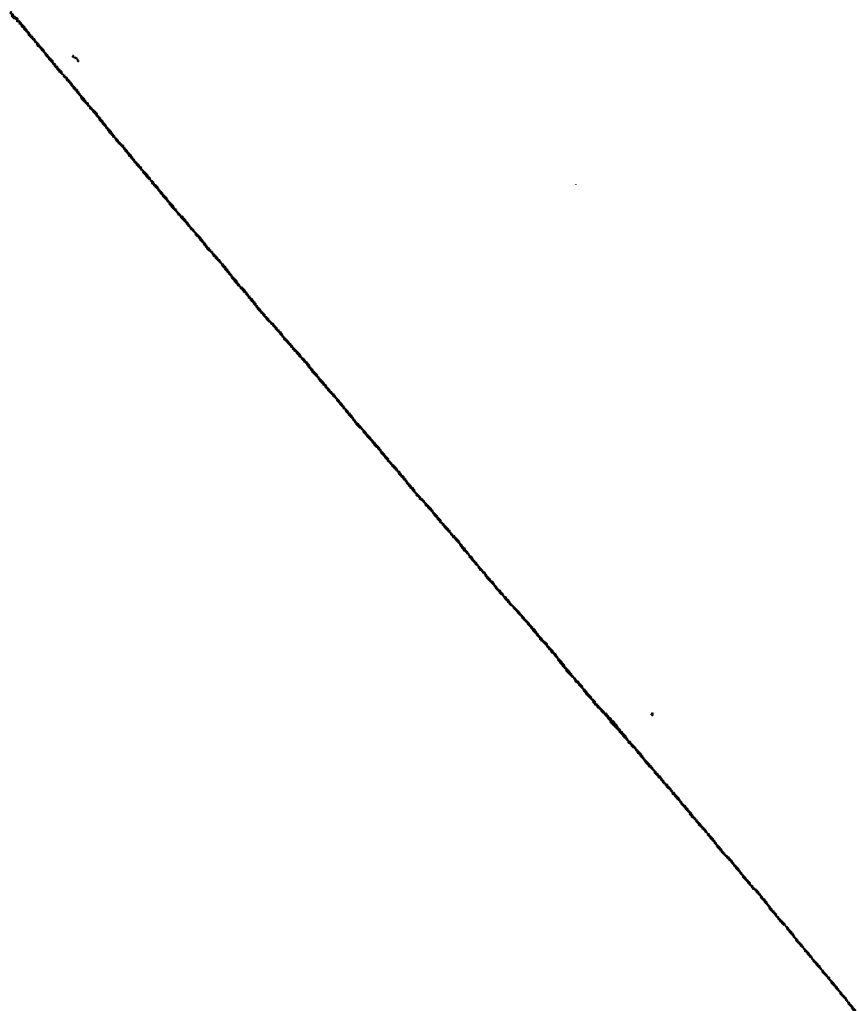
<u>0</u>	<u>LIGERAMENTE AMONIACAL</u>				
2	33	34	35	36	37
.203	45	-	0,14	45	
.	..	-	-	-	39
1.156	4.357	-	3.930	4.357	986
355	355	-	-	355	-
-	1,4	-	11.648	1,4	1.415
-	-	-	-	-	-
3.715	4.760	-	15.578	4.760	2.440
10.783	8.490	182	23.154	8.490	2.996
60	126	27	126	126	94
-	0,014	-	-	0,014	-
-	-	-	75	-	58
-	-	1,0	1,295	-	1,23
-	-	0	-	-	-
-	-	100	126	-	-
-	-	-	202	-	28
	134,6	-	-	134,6	?

) -

403641



5 La cantidad de nitrato de amonio, amoníaco y ácido nítrico en la atmósfera emitido por el aparato y proceso de la presente invención, se comparó con el emitido a la atmósfera por el equipo de neutralización convencional bajo condiciones similares de reacción, y se recopila en los siguientes datos:



403041



403041

EXPERIMENTAL PARA DIVERSOS ESQUEMAS DE NEUTRALIZACION

	TABLA IV. - DATOS DE REACCIONES POR CHIMENEA DE LA UNIDAD		EXPERIMENTAL PARA DIVERSOS ESQUEMAS DE NEUTRALIZACION			
	Acido HNO ₃ libre en el producto. % en Peso	NH ₃ libre en el producto. % en Peso	Conc. Acido HNO ₃ que entra a la zona de reaccion. % en Peso	Composicion del Gas de Chimenea		
				%HNO ₃	%NH ₃	
					%NH ₄ NO ₃	
5	Caso 1. Neutralizador convencional, producto ligeramente ácido.	0,1	0,0	no medida	0,26	0,31
10	Caso 2. Neutralizador convencional, producto ligeramente amoniacal.	0,0	0,037	no medida	0,50	0,20
15	Caso 3. Neutralizador de sifón térmico, ácido introducido por dentro de la tubería central, producto ligeramente ácido.	0,08	0,0	no medida	0,80	0,22
20	Caso 4. Neutralizador de sifón térmico, ácido introducido cerca de la entrada de la tubería central, producto ligeramente ácido.	0,08	0,0	no medida	0,21	0,24
25	Caso 5. Neutralizador de sifón térmico, diseño óptimo, producto ligeramente ácido.	0,08	0,0	0,36	0,10	0,097
	Caso 6. Neutralizador de sifón térmico, diseño óptimo, producto ligeramente amoniacal.	0,0	0,003	0,21	0,67	0,025

43641

TABLA IV.- DATOS DE PERDIDAS POR CHIMENEA DE LA UNIDAD EXPERIMENTAL PARA

	Acido HNO ₃ libre en el producto. <u>% en Peso</u>	NH ₃ libre en el producto. <u>% en Peso</u>	Conc. Acido HNO ₃ c entra a la zona de reacción. <u>% en Peso</u>	
5	Caso 1. Neutralizador convencional, producto ligeramente ácido.	0,1	0,0	no medida
	Caso 2. Neutralizador convencional, producto ligeramente amoniacal.	0,0	0,037	no medida
10	Caso 3.- Neutralizador de sifón térmico, ácido introducido por dentro de la tubería central, producto ligeramente ácido.	0,08	0,0	no medida
15	Caso 4.- Neutralizador de sifón térmico, ácido introducido cerca de la entrada de la tubería central, producto lige- ramente ácido.	0,08	0,0	no medida
20	Caso 5.- Neutralizador de sifón térmico, diseño óptimo, producto ligera- mente ácido,	0,08	0,0	0,36
25	Caso 6.- Neutralizador de sifón térmico, diseño óptimo, producto ligera- mente amoniacal.	0,0	0,003	0,21



493641

JAD EXPERIMENTAL PARA DIVERSOS ESQUEMAS DE NEUTRALIZACION

<u>o</u>	Conc. Acido HNO_3 que entra a la zona de reacción. <u>% en Peso</u>	<u>Composición del Gas de Chimenea</u>		
		<u>%HNO_3</u>	<u>%NH_3</u>	<u>%NH_4NO_3</u>
	no medida	0,0	0,26	0,31
	no medida	0,0	0,50	0,20
	no medida	0,0	0,80	0,22
	no medida	0,0	0,21	0,24
	0,36	0,0	0,10	0,097
3	0,21	0,0	0,67	0,025

20



403641

5 Habiendo ya descrito completamente la
invención será evidente a cualquier experto ordina-
rio en la técnica, que pueden hacerse muchos cambios
y modificaciones en la misma, sin apartarse del es-
píritu o alcance de la invención.

10 La presente solicitud, que corresponde a
la presentada en los Estados Unidos de América, el
11 de Junio de 1971, bajo el N° 152.063 se acoge a
los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto
sobre Propiedad Industrial.

15 - REIVINDICACIONES -

20 Los puntos de invención propia y nueva,
que se presentan para que sean objeto de esta solici-
tud de Patente de Invención en España, por VEINTE
años, son los siguientes:

25 1.- Un aparato neutralizador de bombeo por
presión y sifón térmico, para neutralizar ácido ní-

403641

20



trico con amoníaco, el cual comprende: un recipiente de reacción apropiado para contener un medio acuoso de reacción, que tiene una abertura de descarga de vapor, y una abertura de descarga de producto; al menos un miembro cilíndrico alargado impermeable al flúido, colocado dentro de dicho recipiente para definir una segunda zona de reacción dentro de dicho miembro, y una primera zona de reacción por fuera de dicho miembro, teniendo dicho miembro una abertura de entrada y una abertura de salida, y estando situado de modo que cuando dicho recipiente contiene un medio acuoso, dicha entrada del miembro estará por debajo del nivel del medio en la primera zona de reacción, y dicha abertura de descarga del miembro, estará por encima del nivel del medio; medios de admisión para el amoníaco, para introducir amoníaco dentro de dicho recipiente de reacción en las proximidades de dicha abertura de entrada del miembro, y en la dirección de dicha entrada; medios de admisión del ácido nítrico, para introducir ácido nítrico en dicha primera zona de reacción, a una distancia de dicha entrada central, suficiente para que cuando dicho recipiente contenga dicho medio, la concentración del ácido nítrico que entra en dicha segunda zona de reacción sea menor del 15%,

403641

20



de modo que la porción mayor del ácido nítrico se neutralizará con el amoníaco en dicha concentración diluida, dentro de dicha segunda zona de reacción, y con lo cual el calor de neutralización y la densidad diferencial promoverá la circulación de dicho medio acuoso entre dicha primera zona de reacción y dicha segunda zona de reacción, y en consecuencia el agua vaporizada por dicho calor de neutralización se descargará a través de dicha abertura de descarga del recipiente, y el nitrato de amonio producido se recuperará a través de dicha abertura de descarga del producto, del recipiente.

2.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 1, en el cual las paredes que definen dichos medios de admisión del amoníaco, forman un estrechamiento tipo Vénturi con las paredes que definen dicha abertura de entrada del miembro cilíndrico, para aumentar la velocidad de circulación entre dicha primera y dicha segunda zonas de reacción.

3.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 1, el cual comprende además un medio de admisión para agua o líquido nitrato amónico débil, para reemplazar continuamente una cantidad de agua va-

403641

200



porizada del sistema, y en el cual dichos medios de admisión del ácido nítrico, están situados a una distancia de la entrada de admisión cilíndrica tal que cuando el ácido nítrico concentrado entra en la primera zona de reacción a través de dichos medios de admisión del ácido nítrico, dicho ácido se diluirá hasta una concentración de menos del 15% cuando entra a dicha segunda zona de reacción.

4.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 1, en el cual dicha abertura de admisión del miembro cilíndrico, está dispuesta verticalmente con respecto al recipiente de reacción, de modo que la diferencia de temperatura y la altura piezométrica creadas por la reacción exotérmica amoníaco-ácido nítrico, hará que la solución acuosa dentro de dicha segunda zona de reacción salga hacia arriba a través de dicha abertura de descarga del miembro, por encima de la superficie de la solución acuosa contenida en dicha primera zona de reacción.

5.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 4, en el cual un deflector curvilíneo está soportado por encima de la abertura de descarga del miembro cilíndrico, de modo que la solución sale desde di-

MM



403641

cho miembro y será desviada hacia abajo nuevamente a dicha primera zona de reacción, y los vapores emitidos desde dicha abertura de descarga del miembro circunvolucionarán alrededor de dicho deflector y pasaran a través de la abertura de descarga del vapor.

6.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 5, que contiene además una malla eliminadora de neblina, situada dentro de la salida de vapor, la cual es capaz de separar el líquido atrapado en la corriente de vapor que pasa a través de la abertura de descarga, y permitir que dicho líquido caiga de nuevo dentro de dicha primera zona de reacción.

7.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 5, en el cual una pluralidad de miembros cilíndricos alargados impermeables a los flúidos, está colocada dentro de dicho recipiente para definir dicha segunda zona de reacción.

8.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 1, que comprende además medios emplazados dentro de dicha segunda zona de reacción para aumentar el contacto entre el medio líquido y el gas amoníaco-

Handwritten signature

403641



co atrapado dentro de la corriente de vapor generada por dicho calor de neutralización de dicha reacción amoníaco-ácido nítrico.

5 9.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 8, en el cual dichos medios para aumentar el contacto es un embudo que está fijamente emplazado dentro de dicha segunda zona de reacción.

10 10.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 9, en el cual dicho embudo tiene una porción de entrada que es substancialmente de configuración tronco-cónica y tiene una porción de salida que es de configuración substancialmente cilíndrica, en el
15 vértice de dicha porción cónica.

20 11.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 10, en el cual las paredes de dicha porción cónica se extienden más allá de dicha segunda zona de reacción.

25 12.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 8, en el cual dichos medios para aumentar el contacto son aspas impulsoras montadas de modo rotatorio dentro de dicha segunda zona de reacción, de modo que



403641



la rotación de las dichas aspas, imparten un movimiento de torbellino y mezclado, al gas y al líquido contenidos dentro de dicha segunda zona de reacción.

5 13.- El aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico de la reivindicación 1, que contiene además medios emplazados dentro de dicha primera zona de reacción para reducir la formación de corrientes en remolino, que estorbarían el flujo del líquido en la segunda zona de
10 reacción.

14.- Un aparato neutralizador de bombeo por presión y sifón térmico para neutralizar el ácido nítrico con amoníaco.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A.

-5 MAYO 1973

Alberto de Elizalde
Por Federa

28.4.73

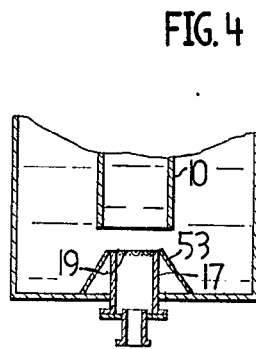
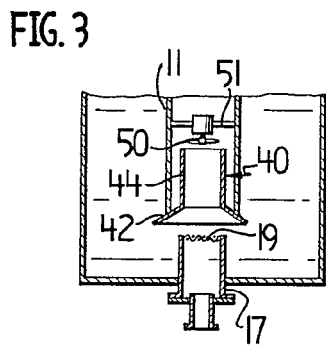
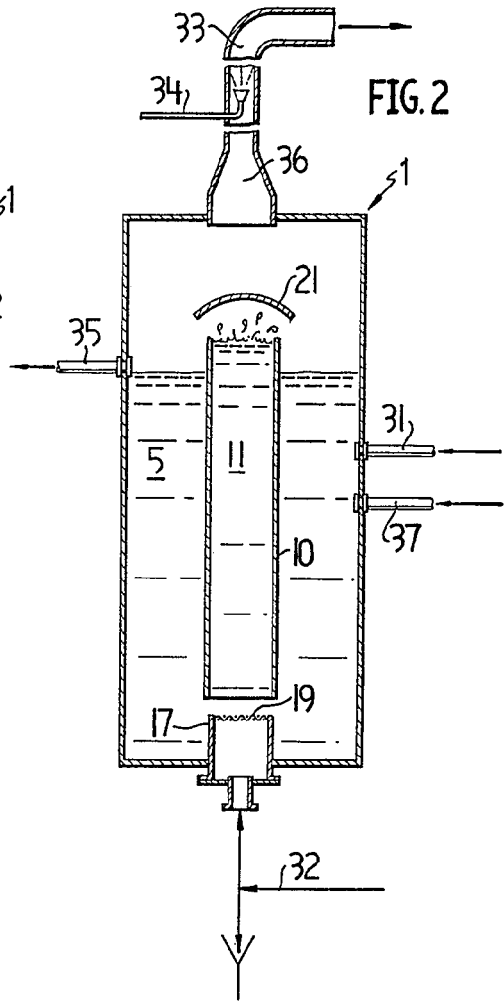
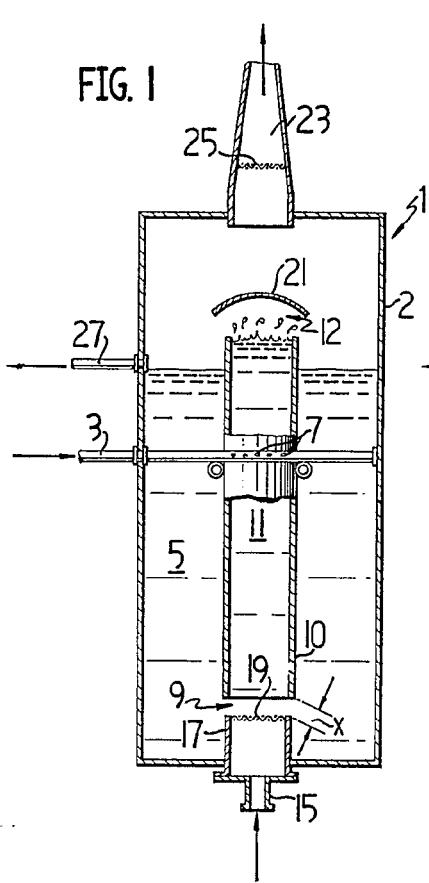
BPD/.

- 38 -

20 B



403641



Alberto G. Liguori
 For Fodera

