

414459



414459

P.- 54.320

75-024-0

colc

MEMORIA DESCRIPTIVA para solicitar

F.C.-26-1-76

PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de MISSISSIPPI CHEMICAL CORPORATION

entidad norteamericana

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

por: "UN METODO PARA NEUTRALIZAR EL ACIDO NITRICO CON AMONIA CO"

(Clase Internacional Colc)

414459



ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la Invención:

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

El aparato en el que se realiza dicho método es el objeto de la solicitud N° 403.641 de la que ésta es divisio-
nal.

10 Descripción de la técnica anterior

El nitrato de amonio se prepara usualmente neutralizando el ácido nítrico con amoníaco. En el procedimiento comercial usual, éste 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.

20 Una dificultad de esta técnica comercial, sin embargo, es que el ca-

414459



lor 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" in conveniente. 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 irrecuperables. 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 neblina 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 totalmente satisfactoria desde un punto de vista económico, ya que significa la pérdida del calor exotérmico necesario

414459



para evaporar el agua contenida en el reactivo débil y en consecuencia en la solución del producto.

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 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 amoniaco y ácido nítrico sin reaccionar que escapaban a la atmósfera. Los 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 incapaces de eliminar suficiente cantidad de micropartículas 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 efectuar perjudicialmente la concentración del producto. Ninguno de los sistemas de la técnica anterior resultó sin embargo ser entera-

414459



mente 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 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 ní-

414459



1-5 MAR 1973

trico 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 áci
do nítrico se hacía reaccionar con el amoníaco y en consecuencia
5 el calor de reacción era suficientemente alto para producir gra-
dos altos de volatilización del ácido.

Existía en consecuencia una necesidad de un
medio de neutralizar el ácido nítrico con amoníaco de manera eco-
nómicamente eficaz, con una formación mínima de neblina nociva de
10 nitrato de amonio.

Consecuentemente, un objeto de la invención
es proporcionar un método económicamente viable para la neutrali-
zación del ácido nítrico con amoníaco, que reduce al mínimo el
grado de formación de neblina, hasta niveles aceptablemente ba-
15 jos.

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

20 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 amoníaco en las proximidades de la en-
25 trada a la segunda zona de reacción, y conducir la porción predo-

29.4.73
FC

414459



minante 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 de-
bido al calor exotérmico liberado durante la neutralización, y
5 por la diferencia de densidades entre la solución del producto,
comparada con la solución del reactivo. Alineando apropiadamen-
te la entrada de admisión del amoniaco con la entrada de admi-
sión a la segunda zona, puede crearse un estrechamiento del tipo
Vénturi para mejorar la mezcla y aumentar la velocidad de recir-
10 culación. En una realización, se proveen medios dentro de la se-
gunda zona de reacción y/o dentro de los medios de admisión del
amoniaco, para permitir la recuperación de al menos una porción
mayor de cualquier gas amoniaco atrapado dentro de la corriente
de vapor generada por el calor exotérmico de neutralización.

15 BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

La FIGURA 1 es una vista esquemática del neu-
tralizador en el que se efectua el método de la presente inven-
ción;

20 La FIGURA 2 es una vista esquemática del neu-
tralizador con sus sistemas auxiliares de admisión y descarga;

La FIGURA 3 es un corte del fondo del neutra-
lizador que muestra el uso de una inserción del embudo emplazado

414459



dentro de la segunda zona de reacción, para permitir la recuperación del gas amoníaco atrapado dentro del vapor 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, 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 ácido, menor será la cantidad del ácido vaporizado. Se presenta alguna reducción en la "neblina" cuando la concentración del ácido nítrico

414459



en el momento de la reacción es tan baja como el 15%, pero la reducción 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 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 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 0,1% en peso, o menos, del efluente gaseoso de chimenea, ó tan bajo como varias partes, por millón del aire.

Con referencia a la FIGURA 1 que es una vista esquemática del sistema de reacción 1 de la presente invención, el ácido nítrico entra por el conducto de admisión 3 a una primera zona de reacción 5 del recipiente de reacción 2 a través del burbujeador 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 cuando el recipiente 2 contiene un medio acuoso, la entrada 9 del miembro 10 es-

414459



tará por debajo del nivel del medio en la primera zona de reacción, la salida 12 de dicho miembro cilíndrico estará por encima del nivel del medio.

El burbujeador 7 de ácido nítrico mostrado 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 entrada para el ácido nítrico no es crítica, pudiendo sin embargo tomar una variedad de formas apropiadas 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 diluído, ó puede estar en forma altamente concentrada. Para la 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 ó 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

414459



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 el 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 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 urea.

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

414459



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

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

Aunque la segunda zona de reacción 11 se muestra
20 tra en los dibujos como definida por un solo miembro cilíndrico 10 puede usarse un haz consistente de una pluralidad de miembros cilíndricos, esto es, 3 ó 4 de tales miembros para lograr diferentes efectos de presión. Los varios miembros 10 pueden separarse por una distancia finita dentro del recipiente 2, o pueden unirse en una
25 posición circular. Cuando se usa más de un miembro 10, puede usarse

414459



una sola abertura de admisión 17, o pueden 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 preferiblemente 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° 4 (abertura de mallas 4,76 mm.) que tiene un 16,6 por ciento de área abierta.

Es posible introducir el amoníaco directamente en la segunda zona de reacción 11, pero esto disminuiría el grado de mezcla y turbulencia, y disminuiría la velocidad de recirculación, y podría dar por resultado pérdidas aumentadas de chimenea. Consecuentemente, la introducción de amoníaco directamente en la segunda zona 11 es aceptable, pero es algo menos eficaz.

Dado que el amoníaco, en el diseño preferido se introduce exactamente por fuera de la segunda zona de reacción 11, la neutralización se iniciará realmente en la primera zona 5, delante de la entrada 9. Sin embargo, la cantidad predominante de neutralización ocurrirá dentro de la segunda zona de reacción 11.

El calor exotérmico liberado por la reacción de neutralización hará hervir el agua, pero debido a la baja concentración de ácido, se restringirá la vaporización del ácido nítrico.

La recirculación entre la primera y la segunda zonas de reacción 5 y 11, se efectúa por la elevación turbulenta de los gases a través del medio acuoso dentro de la segunda zona de reac-

414459



5 ción 11, que actúa como un desplazador de aire o bomba de presión. La recirculación se efectúa también por la densidad reducida de la solución en la segunda zona de reacción 11, 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.

10 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 reacción 5. Los gases, que contienen posiblemente líquido atrapado, pasarán rodeando al deflector y proseguirán hacia afuera del sistema a través de la abertura 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.

20 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.

25 El uso de un deflector es sin embargo opcional, y puede obtenerse el mismo efecto extendiendo la columna entre el

414459



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.

5 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.

10 Si se desea, sin embargo, pueden pasarse 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.

15 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
20 primera zona de reacción.

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 descar-

25



414459

ga, 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.

5 Cuando la unidad se hace funcionar con eficiencia razonable, las pérdidas de nitrato de amonio en los gases de descarga pueden ser tan bajas como 0,1% ó menores.

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
10 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 nítrico.

El ácido nítrico que entra por el burbujeador 7 se diluye al ser mezclado con la solución del nitrato de
15 amonio recirculado desde la segunda zona de reacción 11. A medida que el ácido nítrico entra 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.
20 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 burbujeadores de ácido nítrico y amoníaco, el tamaño del equipo etc.
25

414459



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 velocidad 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



414459

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
5 posible.

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
10 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.

Al diseñar el equipo la segunda zona de reacción deberá dimensionarse apropiadamente, de 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.
15

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 será más pequeña la altura piezométrica. Cuando más largo el miembro cilíndrico 10, definido en la segunda zona de reacción 11, ma-
20

414459

-5

MAY 1972



yor será las pérdidas por fricción dentro de la zona y más lenta será la velocidad de recirculación.

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 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 reacción 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.

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 del 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

414459



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 produciría sin la presencia de un embudo 40, y la velocidad algo más reducida que prevalecería si la inserción fuera solamente de configuración cilíndrica. Se ha explicado que el efecto del embudo es reforzar el contacto del amoníaco gaseoso con el medio líquido de modo que más amoníaco se disolverá en el líquido, y en consecuencia le pone a disposición de la reacción con el ácido nítrico. De acuerdo con esta teoría, la porción mayor del amoníaco reaccionará con el ácido nítrico en el punto de la mayor concentración de amoníaco, esto es, en la proximidad de la entrada a la segunda zona de reacción 11. El calor exotérmico generará vapor de agua que arrastrará algo 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 incrementada aumentando en consecuencia la distribución y disolución del gas amoníaco en el líquido.

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

-5 MAYO 1970

414459

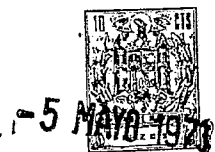


rededor de la entrada a la zona de reacción 9. El ángulo de inclinación de la sección extendida 43 puede ser de un ángulo igual ó diferente al de la inclinación de las paredes cónicas.

En una realización de esta invención, se
5 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 centímetros, la inclinación de la sección cónica es de 30 grados, y las paredes de la sección cónica se extienden cerca de
10 5,08 centímetros más allá de las paredes 10 de la segunda zona de reacción 11. Estos tamaños particulares sin embargo, son simplemente ilustrativos y no se destinan para tomarse como limitativos del invento. Otro método de recuperar el amoníaco atrapado, de los vapores acuosos generados, es insertar tabiques espaciados apropiados del tipo espiral (no mostrados) dentro de la segunda zona
15 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 impartido a la mezcla por los tabiques aumentará la turbulencia, y en consecuencia aumentará el contacto gas-líquido. En lugar de tabiques pueden emplazarse aspas del tipo impulsor 50, montadas sobre soportes 51, dentro de la
20 segunda zona de reacción 11, como se muestra en la FIGURA 3, ó dentro de la porción cilíndrica 42 del embudo 40 (no mostrada), para lograr el mismo tipo de movimiento turbulento.

25 En otra modificación de esta invención, pue

414459



den insertarse medios en la vecindad de la entrada del amoníaco 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

5 11. Como se muestra en la FIGURA 4, estos medios pueden tomar la forma de una envolvente de configuración cónica 53 que rodea el tubo de admisión 17.

Habiendo ya descrito la invención genéricamente, puede obtenerse un ulterior entendimiento 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.

10

Los siguientes ejemplos se discutirán en relación al esquema de la FIGURA 2. El ácido nítrico de cerca del 55% de concentración, entra el sistema 1 a través de la conducción 31. El gas amoníaco entra a través de la conducción 32. Una corriente secundaria de alimentación 37 alimenta el material recuperado del lavador separador (no mostrado). Esta corriente de alimentación, es naturalmente, opcional en el proceso.

15

El nitrato de amonio producido se recupera a través de la conducción 35 y el vapor de 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.

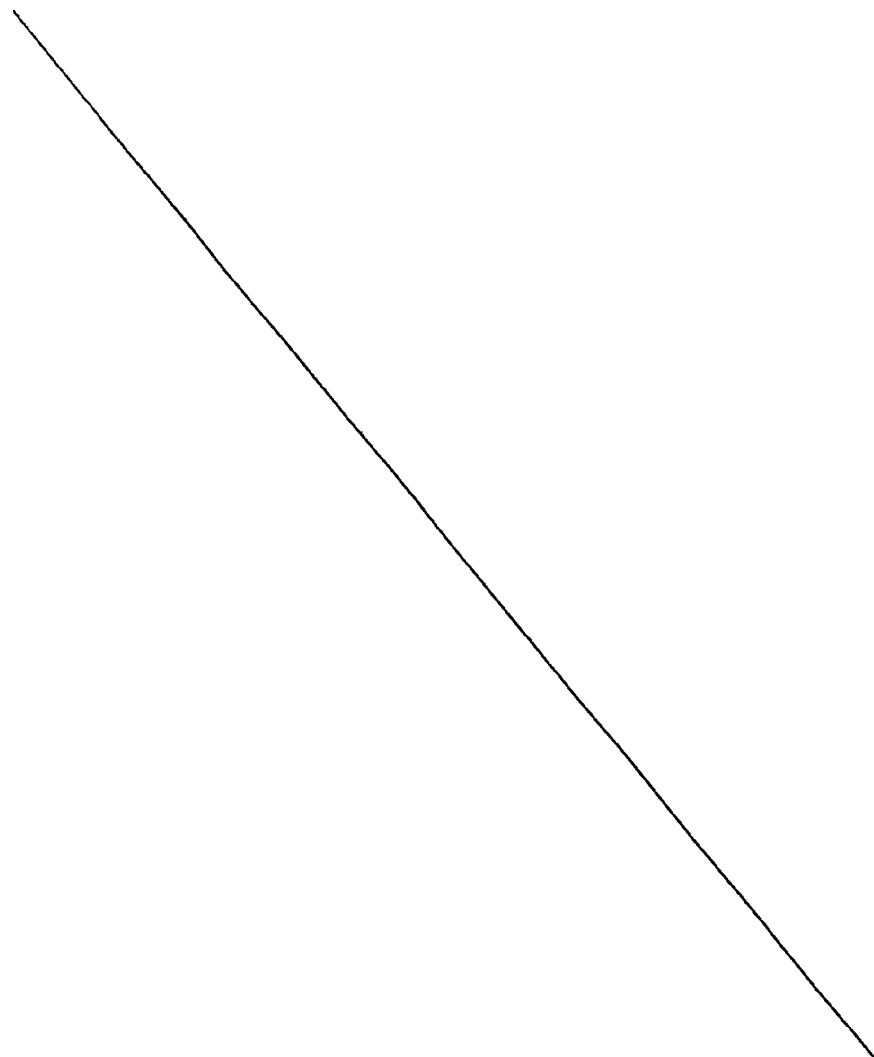
20

25



414459

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



29.4.73
FC

414459

5 MAR 1973
414459

TABLA I: FLUJOS DE PROCESO CON PRODUCTO LIGERAMENTE ACIDO
(0.1% EN PESO)

COMPONENTE	CORRIENTE	31	32	33	34	35	36	37
5	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
	CO ₂	-	355	355	-	-	355	-
	NH ₄ NO ₃	-	-	4,5	-	11.585	4,5	1.415
10	Aire	-	-	-	-	-	-	-
	Total	14.172	3.715	4.722	-	15.566	4.722	2.440
	Total	22.567	10.783	8.490	182	23.154	8.490	2.996
	Temperatura	41	60	126	27	126	126	94
	Presión	Kg/cm ² manométricos	-	0,014	-	-	0,014	-
15	Conc. %	56,63	-	-	-	75	-	58
	Densidad	1,326	-	-	1,0	1,295	-	1,23
	Punto de Fusión °C	-	-	-	0	-	-	-
	Punto de Ebullición °C	-	-	-	100	126	-	114
20	Flujo	litros/minuto	178	-	-	200	-	28
	Flujo	m ³ /minuto	-	134,6	-	-	104,6	-
		(promedio)	-	-	-	-	-	-

414459

TABLA I: FLUJOS DE PROCESO CON PRODUCTO LIGERAMENTE ACIDO
(0,1% EN PESO)

COMPONENTE	CORRIENTE	31	32	33	
5	NH ₃	Kgs/hora	-	2.203	4,5
	HNO ₃	Kgs/hora	8.026	-	-
	H ₂ O	Kgs/hora	6.146	1.146	4.357
	CO ₂	Kgs/hora	-	355	355
	NHNO ₃	Kgs/hora	-	-	4,5
10	Aire	Kgs/hora	-	-	-
	Total	(Norm.)	14.172	3.715	4.722
	Total	(Max.)	22.567	10.783	8.490
	Temperatura	(°C)	41	60	126
	Presión	Kg/cm ² manomé		-	0,014
15		tricos			
	Conc. %		56,63	-	-
	Densidad		1,326	-	-
	Punto de Fusión °C		-	-	-
	Punto de Ebull..°C		-	-	-
20	Flujo	litros/minuto	178	-	-
	Flujo	m ³ /minuto	-	104,6	134,6
		(promedio)			

414459



GERAMENTO ACIDO

1	32	33	34	35	36	37
	2.203					
26	-	4,5	-	-	4,5	-
46	1.146	-	-	15	-	3,6
	355	4.357	-	3.965	4.357	1.021
	-	355	-	-	355	-
	-	4,5	-	11.585	4,5	1.415
	-	-	-	-	-	-
72	3.715	4.722	-	15.566	4.722	2.440
67	10.783	8.490	182	23.154	8.490	2.996
41	60	126	27	126	126	94
	-	0,014	-	-	0,014	-
3	-	-	-	75	-	58
6	-	-	1,0	1,295	-	1,23
	-	-	0	-	-	-
	-	-	100	126	-	114
8	-	-	-	200	-	28
	104,6	134,6	-	-	104,6	-

414459

TABLA II - FLUJOS DE PROCESO CON PRODUCTO LIGERAMENTE AMONICAL

COMPONENTES	CORRIENTE	31	32	33	3
NH ₃	Kgs/hora	-	2.203		
NHO ₃	Kgs/hora	8.026	-	45	-
5 H ₂ O	Kgs/hora	6.146	1.156	-	-
CO ₂	Kgs/hora	-	355	4.357	-
NHNO ₃	Kgs/hora	-	-	355	-
Aire	Kgs/hora	-	-	1,4	-
Total	(NORM.)	14.172	3.715	-	-
10 Total	(MAX.)	22.567	10.783	4.760	-
Temperatura	°C	41	60	8.490	18:
Presión	Kg/cm ² manomé- tricos	-	-	126	2'
Conc.	%	56,63	-	0,014	-
15 Densidad		1,326	-	-	-
Punto de Fusión	°C	-	-	-	1,4
Punto de Ebull.	°C	-	-	-	(
Flujo	litros/minuto	178	-	-	100
				-	-

29.4.73
FC

- 25 -

- 25 - 1



414459

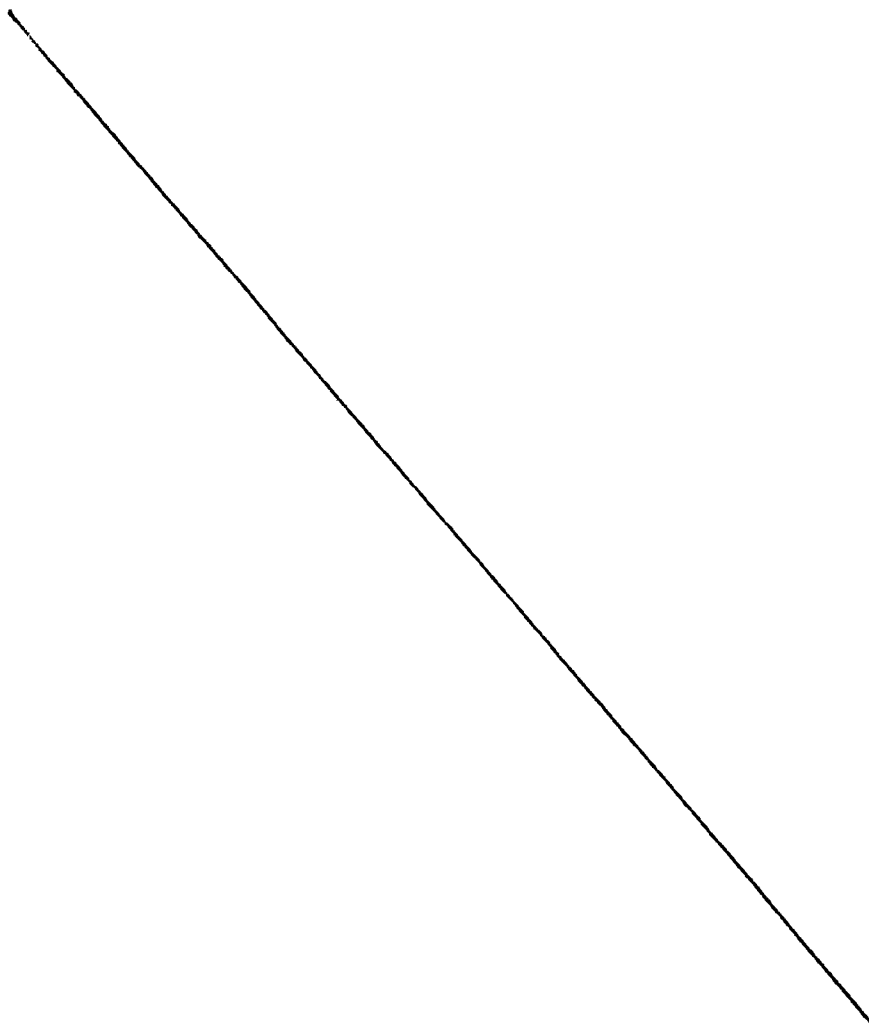
YO LIGERAMENTE AMONIA CAL

31	32	33	34	35	36	37
-	2.203					
8.026	-	45	-	0,14	45	
6.146	1.156	-	-	-	-	39
-	355	4.357	-	3.930	4.357	986
-	-	355	-	-	355	-
-	-	1,4	-	11.648	1,4	1.415
14.172	3.715	-	-	-	-	-
22.567	10.783	4.760	-	15.578	4.760	2.440
41	60	8.490	182	23.154	8.490	2.996
-	-	126	27	126	126	94
-	-	0,014	-	-	0,014	-
56,63	-	-	-	75	-	58
1,326	-	-	1,0	1,295	-	1,23
-	-	-	0	-	-	-
178	-	-	100	126	-	-
-	-	-	-	202	-	28



414459

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:



29.4.73
FC

414459



-5

414459

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

	Acido HNO ₃ libre en el producto.	NH ₃ libre en el producto.	Conc. Acido HNO ₃ que entra a la zona de reaccion.	Composicion del Gas de Chimenea	
	% en Peso	% en Peso	% en Peso	%HNO ₃	%NH ₄ NO ₃
5	Caso 1. Neutralizador convencional, producto ligeramente ácido.	0,1	0,0	no medida	0,31
10	Caso 2. Neutralizador convencional, producto ligeramente amoniacal.	0,0	0,037	no medida	0,20
15	Caso 3. Neutralizador de silicona térmico, ácido introducido por dentro de la tubería central, producto ligeramente ácido.	0,08	0,0	no medida	0,22
20	Caso 4. Neutralizador de silicona térmico, ácido introducido cerca de la entrada de la tubería central, producto ligeramente ácido.	0,08	0,0	no medida	0,24

414459

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

EXPERIMENTAL PARA DIVERSOS ESQUEMAS DE NEUTRA-

LIZACION

5	Acido HNO ₃ libre en el producto.	NH ₃ libre en el producto.	Conc. Acido HNO ₃ que ent a la zona de reacción.	
	<u>% en Peso</u>	<u>% en Peso</u>	<u>% en Peso</u>	
10	Caso I. Neutralizador con- vencional, producto ligera- mente ácido.	0,1	0,0	no medida
	Caso 2. Neutralizador con- vencional, producto ligera- mente amoniacal.	0,0	0,037	no medida
15	Caso 3. Neutralizador de si- fón térmico, ácido introdu- cido por dentro de la tubería central, producto ligeramente ácido.	0,08	0,0	no medida
20	Caso 4. Neutralizador de si- fón térmico, ácido introdu- cido cerca de la entrada de la tubería central, producto ligeramente ácido.	0,08	0,0	no medida

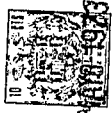


414459

MENEA DE LA UNIDAD

S ESQUEMAS DE NEUTRA-

NO ₃ n el o. so	NH ₃ libre en	Conc. Acido HNO ₃ que entra	<u>Composición del Gas de Chimenea</u>		
	el producto.	a la zona de reacción.	%HNO ₃	%NH ₃	%NH ₄ NO ₃
	<u>% en Peso</u>	<u>% en Peso</u>			
	0,0	no medida	0,0	0,26	0,31
	0,037	no medida	0,0	0,50	0,20
	0,0	no medida	0,0	0,80	0,22
	0,0	no medida	0,0	0,21	0,24



-5

414459

414459

TABLA IV (continuación).- DATOS DE PERDIDAS POR CHIMENEA DE LA UNIDAD EXPERIMENTAL PARA DIVERSOS ESQUEMAS DE NEU-

TRALIZACION

	Acido HNO ₃ libre en el producto.	NH ₃ libre en el producto	Conc. Acido HNO ₃ a la zona de reacción.	Composición del Gas de Chimenea		
	% en Peso	% en Peso	% en Peso	%HNO ₃	%NH ₃	%NH ₄ NO ₃
5						
10	0,08	0,0	0,36	0,0	0,10	0,097
15	0,0	0,003	0,21	0,0	0,67	0,025

-28- Bu



414459

DIDAS POR CHIMENEA

3 ESQUEMAS DE NEU-

NH₃ libre en el producto Conc. Acido HNO₃ que entra a la zona de reacción. Composición del Gas de Chimenea

% en Peso	% en Peso	%HNO ₃	<u>Composición del Gas de Chimenea</u>	
			%NH ₃	%NH ₄ NO ₃

0,0	0,36	0,0	0,10	0,097
-----	------	-----	------	-------

0,003	0,21	0,0	0,67	0,025
-------	------	-----	------	-------



-5 MAYO 1973

414459

Habiendo ya descrito completamente la invención será evidente a cualquier experto ordinario en la técnica, que pueden hacerse muchos cambios y modificaciones en la misma, sin apartarse del espíritu o alcance de la invención.

5 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 11 de Junio de 1.971, bajo el Nº 152.063, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

10 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15 1ª.- Un método para neutralizar el ácido nítrico con amoníaco que supone: alimentar ácido nítrico en una primera

29.4.73
FC

-5 MAY 1973

414459

zona acuosa de reacción, alimentar amoníaco en las proximidades de una segunda zona acuosa de reacción, que es contigua a dicha primera zona de reacción y está en comunicación circulante con la misma, hacer circular el ácido nítrico dentro de dicha segunda zona de reacción de modo que cuando el ácido entre a dicha segunda zona de reacción su concentración sea menor del 15% en peso, hacer reaccionar una proporción predominante del ácido nítrico con el amoníaco en dicha segunda zona de reacción, para formar una solución que contenga nitrato de amonio, retirar dicha solución que contiene nitrato de amonio de dicha segunda zona de reacción, recircular dicha solución a dicha primera zona, y recuperar un producto de nitrato de amonio.

2ª.- El método de neutralización de la reivindicación 1ª, en el cual la circulación para dicho procedimiento se facilita por un bombeo térmico y un efecto de presión producido por el calor exotérmico de neutralización del ácido nítrico con el amoníaco, y por la diferencia de densidades entre la solución del producto y la solución de los reactivos.

3ª.- El método de neutralización de la reivindicación 1ª, en el cual el ácido nítrico que entra a la primera zona de reacción está en una concentración de entre 35 y 60%, y la concentración del ácido nítrico que entra en la segunda zona de reacción es menor del 0,5%.

4ª.- El método de neutralización de la reivindicación 1ª, en el cual la circulación entre dicha primera y

29.4.73
FC





414459

dicha segunda zonas de reacción, se refuerza por un estrechamiento tipo Vénturi entre dichas zonas.

5 5ª.- El método de neutralización de la reivindicación 1ª, en el cual dicha solución que contiene nitrato de amonio, sale por encima de la superficie de dicha primera y dicha segunda zonas de reacción y recircula mediante desviación, de nuevo a la primera zona de reacción.

6ª.- Un método para neutralizar el ácido nítrico con amoníaco.

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

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

15

Madrid, 5 MAYO 1973

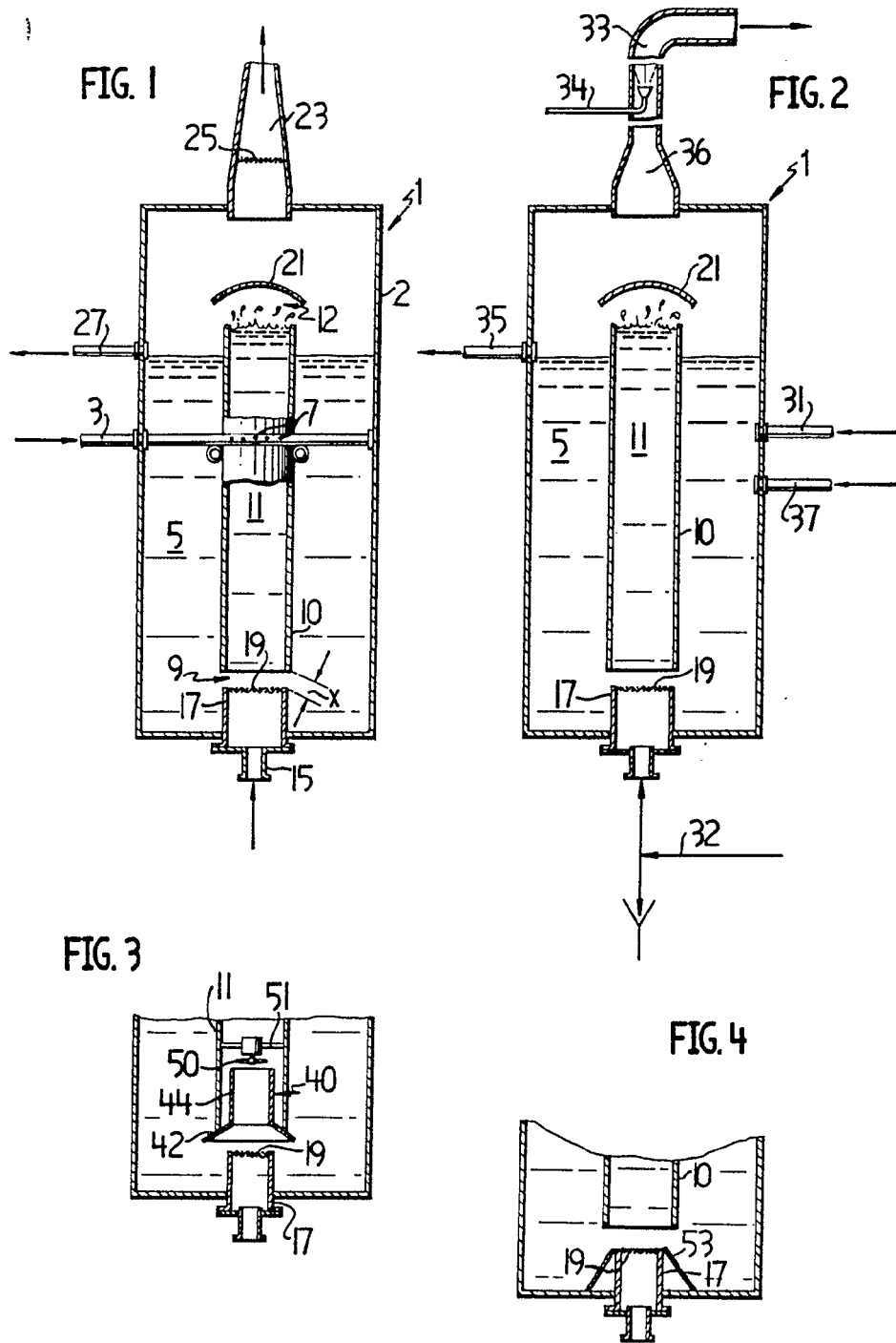
P.A.

Alberto de Elzaburu
Per Pedro

29.4.73
FC

- 31 -

14459



Handwritten signature or initials.