

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 646 963**

51 Int. Cl.:

C01C 1/18 (2006.01)

C01B 21/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2011 PCT/AU2011/001557**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.11.2012 WO12155173**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2011 E 11865540 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.08.2017 EP 2709953**

54 Título: **Procedimiento integrado de producción de nitrato de amonio**

30 Prioridad:

16.05.2011 AU 2011901871

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

18.12.2017

73 Titular/es:

**THE UNIVERSITY OF SYDNEY (50.0%)
Parramatta Road
Sydney, NSW 2006, AU y
YARA INTERNATIONAL ASA (50.0%)**

72 Inventor/es:

**JOHNSTON, ANTHONY MATTHEW y
HAYNES, BRIAN SCOTT**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 646 963 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento integrado de producción de nitrato de amonio

Campo de la invención

5 Esta invención se refiere a un procedimiento para producir nitrato de amonio y que integra la producción de ácido nítrico con la producción de nitrato de amonio.

Antecedentes de la invención

La patente WO2012/071616 describe un procedimiento integrado para la producción de nitrato de amonio en el cual:

- 10 a) una alimentación de oxidante gaseoso compuesta al menos sustancialmente de amoniaco, vapor y un gas de oxidación se expone a condiciones en las que el amoniaco se oxida para producir una mezcla de reacción que incluye monóxido de nitrógeno y vapor de agua,
- b) la mezcla de reacción se enfría en un intercambiador de calor por lo que el monóxido de nitrógeno se oxida, el vapor de agua se condensa y los productos de la oxidación del monóxido de nitrógeno reaccionan con el agua condensada y son absorbidos por el agua condensada para formar una corriente de ácido nítrico y
- 15 c) se hace reaccionar la corriente de ácido nítrico con una corriente de amoniaco para formar el nitrato de amonio.

20 Como se describe en la patente WO2012/071616, se introducen corrientes separadas del amoniaco a las etapas de producción de nitrato de amonio y ácido nítrico. Además, en una realización del procedimiento descrito, el vapor que se genera en el curso de la concentración de una solución de nitrato de amonio en la etapa de producción de nitrato de amonio se transfiere a la etapa de producción de ácido nítrico para formar al menos una porción del componente de vapor de la alimentación de oxidante o formar una parte de un componente de agua o vapor de una alimentación de partida a partir de la cual se obtiene la alimentación de oxidante. Como se describe adicionalmente en una realización, se puede suministrar un pequeño exceso de amoniaco a la etapa de producción de nitrato de amonio (con el fin de minimizar la corrosión del evaporador y la supresión de la presión parcial de ácido nítrico en el espacio de vapor del evaporador) y, en consecuencia, una pequeña cantidad de amoniaco (sustancialmente menos del 10 % del componente de amoniaco de la alimentación de oxidante) se podría introducir a la etapa de producción de ácido nítrico con el vapor.

30 Los presentes inventores han determinado ahora que, al suministrar un exceso sustancial (es decir, al menos un 10 %) de amoniaco a la etapa de producción de nitrato de amonio, se puede reducir el tamaño del reactor de nitrato de amonio, como puede ser el requisito de precisión de mezcla para la reacción completa del ácido nítrico. Además, se ha determinado que el exceso sustancial de amoniaco se puede introducir de manera útil de la etapa de producción de nitrato de amonio a la etapa de producción de ácido nítrico en una alimentación de vapor que comprende sustancialmente todo lo requerido por la etapa de producción de ácido nítrico.

35 Como también se describe en la patente WO2012/071616 el componente de gas de oxidación de la alimentación de oxidante comprende un gas que contiene más de aproximadamente el 80 % de oxígeno. Sin embargo, los presentes inventores han determinado ahora que el gas de oxidación puede comprender aire u otra mezcla de gases oxidantes que es menos rica que el 80 % de oxígeno; aceptando que el volumen de absorción y reacción será sustancialmente mayor, pero esto se compensa con el potencial de coste sustancialmente reducido de emplear un gas de oxidación rico en oxígeno.

Sumario de la invención

40 La presente invención puede definirse como el suministro de un procedimiento para producir nitrato de amonio en el que:

- 45 a) una alimentación de oxidante gaseoso compuesta al menos sustancialmente de amoniaco, vapor de agua y un gas de oxidación que comprende oxígeno se expone a condiciones en las que el amoniaco se oxida para producir una mezcla de reacción que incluye monóxido de nitrógeno y vapor de agua,
- b) la mezcla de reacción se enfría en un intercambiador de calor por lo que el monóxido de nitrógeno se oxida, el vapor de agua se condensa y los productos de la oxidación del monóxido de nitrógeno reaccionan con el agua condensada y son absorbidos por el agua condensada para formar una corriente de ácido nítrico, con lo que sustancialmente todo el monóxido de nitrógeno en la mezcla de reacción que se convierte en ácido nítrico,
- 50 c) la corriente de ácido nítrico se hace reaccionar con una corriente de amoniaco en una etapa de producción de nitrato de amonio para formar el nitrato de amonio,
- d) al menos el 80 % del vapor dentro de la alimentación de oxidante procede de la etapa de producción de nitrato de amonio y
- e) al menos el 10 % del amoniaco dentro de la alimentación de oxidante procede y es arrastrado por el vapor desde la etapa de producción de nitrato de amonio.

55

La presente invención también puede definirse como el suministro de nitrato de amonio (en cualquiera de sus diversas formas posibles) cuando se produce mediante el procedimiento anterior.

5 Como se emplea en las definiciones anteriores y siguientes de la invención, el término "gas de oxidación" debe entenderse que incluye aire u otra mezcla de gases oxidantes o, deseablemente, un gas que contiene más de aproximadamente el 80 % y lo más deseablemente más del 95 % de oxígeno.

10 También, por "sustancialmente todo" del monóxido de nitrógeno en las definiciones anteriores y siguientes de la invención se entiende una cantidad de monóxido de nitrógeno mayor que el 90 %, deseablemente mayor que el 95 % y, lo más deseable, hasta un nivel que se aproxima tan cerca como sea posible al 100 % del nivel presente en la mezcla de reacción. Cuando la conversión dentro del intercambiador de calor se produce a un nivel inferior al que más se desea, el procedimiento de absorción y reacción puede continuar en un recipiente o tubo absorbedor-reactor subsiguiente, con o sin intercambio de calor. Por lo tanto, no es esencial una conversión que se acerque al 100 % en el intercambiador de calor porque el procedimiento de absorción y reacción puede continuar, más allá de lo que ocurre en el intercambiador de calor, en un absorbedor-reactor adiabático posterior, aunque de forma limitada. Es decir, se sabe que las temperaturas más altas son perjudiciales para la conversión y absorción de monóxido de nitrógeno y, en la medida en que la posterior absorción y reacción se lleve a cabo adiabáticamente, pueden producirse aumentos sustanciales de temperatura en la corriente de reacción. Por ejemplo, el progreso adiabático de una conversión de monóxido de nitrógeno del 99 % al 100 % implicaría un aumento de temperatura del orden de 2,5 °C, mientras que el progreso del 90 % al 100 % de conversión implicaría un aumento de temperatura de 24 °C.

15 Además, el término "concentración" tal como se utiliza en esta memoria descriptiva debe entenderse como significando:

en el contexto de soluciones acuosas, el porcentaje de soluto puro (por ejemplo, nitrato de amonio o ácido nítrico) en una solución sobre la base de p/p, y
en el contexto de mezclas gaseosas, el porcentaje de componente puro (por ejemplo, oxígeno) en una mezcla sobre una base de v/v.

20 El vapor derivado de la etapa de producción de nitrato de amonio comprende entre el 80 % y el 100 % del componente de vapor de la alimentación de oxidante gaseoso y, lo más preferentemente, comprende aproximadamente el 100 % del componente de vapor de la alimentación de oxidante gaseoso. Cuando menos del 100 % del vapor procede de la etapa de producción de nitrato de amonio, el resto del vapor requerido procederá de una fuente separada.

30 Aunque el amoníaco derivado de la etapa de producción de nitrato de amonio puede ser tan solo el 10 %, deseablemente será un componente sustancialmente mayor y puede comprender al menos el 80 % del componente de amoníaco de la alimentación de oxidante gaseoso, con el resto del amoníaco requerido derivado de una fuente externa de amoníaco. Sin embargo, el amoníaco derivado de la etapa de producción de nitrato de amonio comprende deseablemente entre el 80 % y el 100 % del componente de amoníaco de la alimentación de oxidante gaseoso y, lo más preferentemente, comprende aproximadamente el 100 % del componente de amoníaco de la alimentación de oxidante gaseoso. En este último caso y como se describe más adelante en esta memoria descriptiva, el amoníaco será introducido a la etapa de producción de nitrato de amonio, a partir de una fuente externa, en una cantidad aproximadamente igual a la cantidad total a consumir en la etapa de producción de nitrato de amonio y en la etapa de producción de ácido nítrico. Esto será ligeramente más del doble de la cantidad que se consumirá en la etapa de producción de nitrato de amonio.

35 El ácido nítrico producido dentro del procedimiento definido anteriormente estará inherentemente diluido. El ácido nítrico tendrá, por ejemplo, una concentración del orden del 20 % al 50 %, dependiendo de la cantidad de agua contenida en la mezcla de reacción y en la composición del gas de oxidación. Como consecuencia, en este caso, el nitrato de amonio producido por reacción inicial del ácido nítrico diluido y amoníaco en la etapa de producción de nitrato de amonio también representará una fracción en peso relativamente baja (por ejemplo, del orden del 30 % al 60 %) de la corriente de producto de reacción (que puede estar en dos fases), pero la solución de nitrato de amonio en la fase líquida resultante se puede concentrar (por ejemplo, a un nivel del orden del 75 % al 85 %) mediante la adición de calor (que puede proceder de la etapa de producción de ácido nítrico como se describe a continuación), para expulsar el exceso de agua.

45 El calor para concentrar la solución de nitrato de amonio en la corriente de producto de reacción antes mencionada se puede transferir a la etapa de producción de nitrato de amonio por intercambio de calor directo entre la mezcla de reacción (que procede de la oxidación del amoníaco dentro de la etapa de producción de ácido nítrico) o por intercambio de calor indirecto entre las dos etapas usando un bucle de acoplamiento intermedio de un medio de transferencia de calor tal como agua o vapor/agua. Dicho calor también puede proceder del calor de reacción entre el amoníaco y el ácido nítrico y/o de una fuente externa.

50 En una realización de la presente invención, el vapor y el amoníaco para la alimentación de oxidante proceden de un dispositivo separador de fases asociado a un evaporador de la solución de nitrato de amonio dentro de la etapa de producción de nitrato de amonio. La separación de fases líquido-vapor puede facilitarse dentro del dispositivo

5 separador de cualquiera de varias maneras posibles, incluyendo la precipitación electrostática o el empleo de un dispositivo desnebulizador para ayudar al desacoplamiento de gotitas de líquido que contienen nitrato de amonio. En este último caso, el dispositivo desnebulizador puede (pero no necesariamente) rociarse con agua u otro líquido para evitar una acumulación de sólidos de nitrato de amonio. Si se emplea agua u otro líquido, puede proceder de una fuente externa o de la propia etapa de producción de nitrato de amonio.

10 En una realización adicional de la invención se pueden incorporar al menos dos evaporadores de solución de nitrato de amonio y, respectivamente, dispositivos separadores asociados en la etapa de producción de nitrato de amonio, por lo que el vapor y el amoniaco para la alimentación de oxidante pueden proceder de uno de los separadores y al menos una parte del vapor (adicional) del segundo de los separadores puede condensarse para formar una corriente líquida que se empleará como agua de lavado para el dispositivo o dispositivos desnebulizadores en uno o el otro o en ambos dispositivos de separación de fases.

15 En una realización alternativa en la que se puede requerir agua de lavado, se puede emplear un único evaporador de la solución de nitrato de amonio y dividir la fase de vapor de un separador (individual) asociado en dos corrientes, una para que comprenda la alimentación de oxidante y la otra para condensarse para el empleo como alimentación para el agua de lavado, esta última que puede contener una concentración significativa de amoniaco disuelto.

Con la integración de diversas realizaciones posibles (opcionales) de la presente invención, se puede lograr un procedimiento integrado en el que, en estado estacionario:

20 a) Los únicos dos materiales que alimentan el procedimiento son el amoniaco y un gas de oxidación que comprende oxígeno, deseablemente un gas que contiene al menos el 80 % de oxígeno pero, como alternativa, aire. El vapor de balasto y el agua de lavado (si se emplea) utilizados en el procedimiento son generados por reacciones químicas dentro del propio procedimiento y salen como parte del producto final.

25 b) Como consecuencia de (a), no hay necesidad de una alimentación de agua y no es necesario producir agua contaminada o corriente de efluentes; aunque la puesta en marcha podría requerir ciertas alimentaciones y efluentes temporales.

30 c) El procedimiento integrado es autosuficiente en calor.

d) El gas de oxidación comprende oxígeno y no habrá corriente efluente sustancial, distinta de la corriente de producto y una corriente de gas de cola que está compuesta principalmente de constituyentes distintos al oxígeno inicialmente presente en la corriente de gas de oxidación y el exceso de oxígeno; aunque, cuando el gas de oxidación comprende aire, habrá una corriente sustancial de efluente de gas de cola que contiene el nitrógeno presente originalmente en el aire.

e) Si se emplean dos evaporadores y alimentaciones de agua de lavado, el flujo de vapor de balasto dirigido al oxidante se puede ajustar modificando el equilibrio de carga térmica entre los dos evaporadores, con, por ejemplo, un aumento en el flujo de vapor de balasto que va acompañado de una disminución correspondiente en el flujo de agua de lavado.

35 El vapor en la alimentación de oxidante contribuye a mantener la mezcla de amoniaco-oxígeno por debajo del límite de explosión y a moderar el aumento de temperatura durante la oxidación del amoniaco, así como a funcionar, cuando se condensa, para absorber los productos de la oxidación del monóxido de nitrógeno.

40 El intercambiador de calor que se emplea en el procedimiento de absorción en la etapa de producción de ácido nítrico puede comprender cualquier tipo de intercambiador de calor que proporcione transferencia de calor desde un fluido de procedimiento (en la presente invención, la mezcla de reacción) a un fluido refrigerante; por ejemplo un intercambiador de calor de tipo concha y tubo, un intercambiador de calor de tipo circuito impreso, un intercambiador de calor de tipo placa o un intercambiador de calor de tipo ventilador de aleta. Los pasos de flujo de fluido dentro del intercambiador de calor deseablemente tienen una dimensión de sección transversal pequeña (por ejemplo, inferior a aproximadamente 3 mm y deseablemente inferior a 2 mm de diámetro equivalente) con el fin de ayudar a la transferencia de calor y de masa y facilitar la compacidad del intercambiador de calor. También, dependiendo de las demandas de procesamiento, se puede emplear un único intercambiador de calor o dos o más intercambiadores de calor pueden estar conectados en paralelo o en serie y las expresiones "un intercambiador de calor" y "el intercambiador de calor" tal como se emplean en esta memoria descriptiva deben entenderse en este contexto. El fluido refrigerante puede comprender un gas, por ejemplo aire forzado por ventilador, o un líquido tal como agua.

50 El nuevo empleo del intercambiador de calor para completar la absorción en la etapa de absorción (a diferencia del empleo en los procedimientos de la técnica anterior de una torre de absorción a contracorriente) da como resultado la producción de ácido nítrico relativamente diluido. Dicho ácido tiene presiones de vapor de equilibrio bajas de ácido nítrico y gases nitrosos, lo que evita la necesidad de contacto en contracorriente para lograr una absorción completa de estos componentes. Sin embargo, la velocidad a la que se produce la conversión de monóxido de nitrógeno en ácido, a medida que el procedimiento se acerca a su terminación, se determina principalmente por la velocidad química de oxidación del monóxido de nitrógeno, que es promovida fuertemente por mayores concentraciones de monóxido de nitrógeno y oxígeno. En el procedimiento de la presente invención el vapor que se emplea para el balasto del procedimiento de oxidación se condensa sustancialmente durante el transcurso del procedimiento de absorción para formar una parte del producto ácido nítrico diluido, aumentando de este modo la concentración de los reactivos gaseosos residuales y facilitando su reacción y absorción relativamente rápidas. El efecto es intensificar el

procedimiento de reacción/absorción, cuyo efecto es mayor cuando, como de acuerdo con una realización de la invención, la composición de gas de oxidación está próxima al 100 % de oxígeno. En una realización alternativa de la invención, cuando el gas de oxidación comprende aire u otra mezcla gaseosa que contiene sustancialmente menos del 100 % de oxígeno, un gas diluyente no condensable (por ejemplo, una mezcla de nitrógeno y argón) atenúa la intensificación alcanzable con la condensación del vapor, lo que requiere que el intercambiador de calor sea más grande de lo que sería necesario con un gas de oxidación más rico en oxígeno. Si el gas de oxidación comprende aire, el intercambiador de calor puede necesitar dos órdenes de magnitud o mayor en volumen de lo que sería necesario para un gas de oxidación que comprende cerca de 100 % de oxígeno, pero, como se ha indicado anteriormente, esto puede ser compensado por el potencial de coste sustancialmente reducido de emplear un gas de oxidación menos rico en oxígeno.

Cuando se emplea aire, por ejemplo, en lugar de oxígeno como componente de gas de oxidación de la alimentación de oxidante, de forma deseable se introducirá suficiente aire a la etapa de oxidación de amoníaco (denominado en lo sucesivo "oxidante") para completar la oxidación de amoníaco. El resto de aire (como se requiere para la oxidación del monóxido de nitrógeno) se introducirá entonces en la corriente de gas de reacción después del oxidante y antes del intercambiador de calor de la etapa de absorción. En general, es deseable minimizar el flujo de aire al oxidante con el fin de minimizar cualquier requerimiento de precalentamiento del aire y flujo a través del oxidante. La necesidad, si la hubiera, para el precalentamiento del aire estará determinada por el flujo de reciclo de vapor de amoníaco al oxidante y cualquier precalentamiento que se pueda requerir de manera deseable se efectúa mediante intercambio de calor con la corriente de gas de reacción para lograr la temperatura requerida del oxidante.

Cuando el gas de oxidación comprende un gas que contiene más de aproximadamente el 80 % de oxígeno (en lo sucesivo denominado "oxígeno"), el oxígeno en la alimentación de oxidante se puede proporcionar en una cantidad suficiente para oxidar sustancialmente todo el amoníaco y sustancialmente todo el monóxido de nitrógeno. Como alternativa, el oxígeno en la alimentación se puede proporcionar en una cantidad suficiente para oxidar sustancialmente todo el amoníaco y se añade oxígeno adicional a la mezcla de reacción antes de que se condense el vapor de agua con el fin de oxidar sustancialmente todo el monóxido de nitrógeno.

En la etapa de oxidación del amoníaco (donde la alimentación de vapor-amoníaco de balasto- gas de oxidación se oxida para formar predominantemente monóxido de nitrógeno dentro del gas nitroso), la alimentación de oxidante se puede calentar a una temperatura que cae dentro del intervalo de 700 °C a 1000 °C (normalmente de 800 °C aproximadamente), a una presión que cae dentro del intervalo de 1 bar (abs.) a 15 bar (abs.) (100-1500 kPa) (normalmente de 2 bar (abs.) aproximadamente (200 kPa)) en presencia de un catalizador. El catalizador se puede incorporar en cualquier tipo conocido de sistema catalítico, incluyendo un lecho de óxido de cobalto o un catalizador de platino-rodio en forma de capas de gasa tejidas o tricotadas. El calentamiento de la alimentación de oxidante en el oxidante se puede provocar por la liberación de calor adiabático de la reacción, o por intercambio de calor con un fluido externo, o por una combinación de ambos. Cuando el intercambio de calor se efectúa para calentar o para enfriar, el oxidante puede comprender un reactor de intercambio de calor.

La mezcla de reacción del procedimiento de oxidación del amoníaco se puede enfriar a una primera temperatura por encima del punto de rocío de la mezcla de reacción (por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 140 °C) mediante intercambio de calor con un fluido de transferencia de calor. Ese fluido de transferencia de calor se puede emplear para transferir calor para concentrar (por evaporación) la solución de nitrato de amonio en la etapa de producción de nitrato de amonio. Por lo tanto, en el caso de la realización de la invención como se ha descrito anteriormente, el fluido de transferencia de calor se puede dirigir a un intercambiador de calor que constituye el evaporador o, si es más de uno, cada evaporador.

La oxidación del monóxido de nitrógeno y las reacciones concurrentes que dan lugar a la formación del ácido nítrico se rigen por las presiones y temperaturas operativas apropiadas para el diseño del sistema y, al menos en la fase de absorción final, por la temperatura del refrigerante disponible. La oxidación se produce solo en un grado limitado hasta que se inicia el enfriamiento post-oxidación, es decir (a partir de las figuras ejemplificadas anteriormente) a temperaturas tan altas como 800 °C. Cuando la mezcla de reacción se enfría, el primer líquido se formará en el punto de rocío a la presión operativa y la formación de ácido continuará a medida que la mezcla se enfría más. A una presión operativa de aproximadamente 15 bar (1500 kPa) (abs.) se formará condensado y, de este modo, comenzará la formación de ácido nítrico, a la temperatura de saturación correspondiente de aproximadamente 200 °C, y la formación de ácido continuará hasta una temperatura de aproximadamente 50 °C, suponiendo que la última temperatura esté limitada por la temperatura del fluido refrigerante disponible. Para la operación a 2 bar (200 kPa) (abs.), la formación de ácido comenzará a aproximadamente 110 °C.

La composición de las impurezas gaseosas no condensadas o absorbidas en la fase de absorción en la etapa de producción de ácido nítrico dependerá de la composición (por ejemplo, aire u oxígeno) del gas de oxidación y, en el caso de un gas de oxidación compuesto del 80 % oxígeno, puede incluir exceso de oxígeno no reaccionado, argón y otras impurezas introducidas con la alimentación de gas de oxidación al procedimiento, y nitrógeno y óxido nitroso formados como subproductos en el oxidante. Estas impurezas gaseosas se pueden separar del ácido nítrico por medio de al menos un recipiente de separación antes de que se hagan reaccionar el ácido nítrico y el amoníaco en la etapa de producción de nitrato de amonio.

Puesto que el absorbedor de ácido nítrico recibe su alimentación del oxidante mientras que el evaporador de nitrato de amonio suministra alimentación al oxidante, si se quiere evitar la compresión mecánica de vapor, la presión del absorbedor de ácido nítrico deberá ser inferior a la presión del reactor de nitrato de amonio y el ácido nítrico debe bombearse a la presión del reactor.

- 5 La reacción del ácido nítrico y el amoníaco en la etapa de producción de nitrato de amonio se puede efectuar por cualquier procedimiento conocido en la técnica, incluyendo, por ejemplo, fluyendo conjuntamente los reactivos adiabáticamente a través de una longitud adecuada de tubo o conducto. La reacción, como alternativa, se podría efectuar en un reactor no adiabático (intercambio de calor), en el que los reactivos (fluidos conjuntamente) serán calentados o enfriados por un medio de transferencia de calor. Como alternativa adicional, la reacción se puede efectuar mezclando el amoníaco y el ácido nítrico en un recipiente que, según se requiera, se puede calentar o enfriar. El reactor también puede funcionar como evaporador.

- 10 El ácido nítrico se puede calentar antes de mezclar y reaccionar con el amoníaco. De esta manera, al menos parte del calor liberado por la reacción puede dar como resultado la generación de vapor, en lugar de resultar simplemente en el precalentamiento de la corriente de nitrato de amonio a una temperatura por debajo del punto de ebullición en un evaporador posterior. Dicho precalentamiento del ácido nítrico se puede efectuar mediante transferencia de calor desde corrientes calientes dentro de la etapa de producción de ácido nítrico, por ejemplo, desde la corriente de la mezcla de reacción del oxidante o de una corriente de reciclo líquido. Como alternativa, el precalentamiento del ácido nítrico se puede efectuar mediante transferencia de calor a partir de vapor de agua que se separa de la solución de nitrato de amonio en el segundo separador mencionado anteriormente. El amoníaco se puede introducir a la etapa de producción de nitrato de amonio en forma líquida o, deseablemente, en forma gaseosa. La presión de alimentación tendrá que ser al menos tan alta como la de la corriente de alimentación de ácido nítrico en el punto de mezcla, y el amoníaco puede estar a cualquier temperatura conveniente, normalmente a temperatura ambiente aproximadamente.

- 15 El primer evaporador se operará a una presión ligeramente por encima de la presión de la cámara de combustión de amoníaco, y deseablemente por encima de la presión atmosférica, con el fin de evitar la posibilidad de infiltración de aire en el evaporador o evaporadores y el oxidante. El evaporador o evaporadores se pueden hacer funcionar, por ejemplo, de 1,5 bares (abs.) a 2,5 bares (abs.) (150-250 kPa).

- 20 La temperatura de evaporación depende de la presión de evaporación y de la concentración de solución del nitrato de amonio. Por ejemplo, el punto de burbujeo de la disolución de nitrato de amonio al 39 % a 1 bar (100 kPa) es 107 °C, mientras que el punto de burbujeo de la solución de nitrato de amonio al 80 % a 3 bar (300 kPa) es de aproximadamente 168 °C. Se sabe que el calentamiento del nitrato de amonio sólido a una temperatura de 170 °C o más conlleva el riesgo de descomposición rápida del nitrato de amonio y se debe evitar. Por lo tanto, para una resistencia del producto, por ejemplo, del orden del 80 % de nitrato de amonio, el evaporador o evaporadores en la práctica se limitarán a operar por debajo de 3 bar (abs.) (300 kPa).

- 25 El calor se puede transferir (como se ha mencionado anteriormente) de la mezcla de reacción de ácido nítrico a la solución de nitrato de amonio dentro del evaporador o evaporadores por contacto directo de intercambio de calor entre las corrientes o indirectamente por medio de un medio de transferencia de calor en un bucle de acoplamiento intermedio; que puede comprender, por ejemplo, un circuito de agua en ebullición/condensación o un circuito de agua presurizada monofásica. Se puede emplear un bucle de acoplamiento de transferencia de calor intermedio para evitar el riesgo de que se produzcan temperaturas de pared excesivamente altas (> 170 °C) en un intercambiador de calor que acopla directamente la mezcla de reacción caliente (a, por ejemplo, 800 °C) con la corriente de nitrato de amonio en ebullición.

- 30 Si no hay disponible suficiente calor de la mezcla de reacción de ácido nítrico y la reacción de nitrato de amonio para concentrar el nitrato de amonio a la concentración requerida, se puede suministrar al procedimiento el calor de una fuente externa, por ejemplo, por calentamiento del medio de transferencia de calor en el bucle de acoplamiento intermedio.

La evaporación del agua de la solución diluida de nitrato de amonio se puede efectuar en una variedad de configuraciones de equipo. Por ejemplo, la evaporación de la solución diluida de nitrato de amonio se puede efectuar en un único intercambiador de calor del evaporador de paso único (una vez a su través).

- 35 Como alternativa, la solución de nitrato de amonio en ebullición se puede recircular a través del intercambiador de calor bajo la influencia de los efectos de flotación impulsados por gravedad (es decir, circulación natural) o por bombeo. Por ejemplo, el intercambiador de calor de evaporación puede sumergirse bajo el nivel de líquido de la solución de nitrato de amonio en ebullición dentro de un recipiente, o formar parte de un bucle de termo-sifón externo a un recipiente separador.

- 40 En otra alternativa, la solución de nitrato de amonio se puede concentrar en un evaporador de película descendente.

En las realizaciones de la invención que emplean un bucle de acoplamiento de transferencia de calor intermedio de agua en ebullición/condensación, la temperatura de saturación de vapor debe estar por encima del punto de burbujeo de la solución de nitrato de amonio requerida, por ejemplo, para una solución al 80 % por encima de

152 °C en un evaporador a 2 bar (abs.) (200 kPa), o por encima de 127 °C en un evaporador a 1 bar (abs.) (100 kPa). La diferencia de temperatura media entre los fluidos de calentamiento y de ebullición en un evaporador de paso único es mayor que la de los fluidos en un evaporador de recirculación y, por lo tanto, el evaporador de paso único puede ser más pequeño.

- 5 En realizaciones de la invención que emplean un bucle de acoplamiento de transferencia de calor intermedio monofásico y un evaporador de recirculación, el medio de transferencia de calor debe circular a temperaturas por encima del punto de burbujeo de la solución de nitrato de amonio requerida.

En las realizaciones que emplean un bucle de acoplamiento de transferencia de calor intermedio monofásico y un evaporador de paso único, la temperatura máxima alcanzada por el medio de transferencia de calor debe exceder el punto de burbujeo de la solución de nitrato de amonio requerida. Sin embargo, la temperatura mínima del medio de transferencia de calor solo debe exceder el punto de burbujeo de la solución de nitrato de amonio diluido del reactor de nitrato de amonio, por ejemplo, para solución de nitrato de amonio al 39 %, por encima de 129 °C en un evaporador a 2 bar (abs.) (200 kPa), o por encima de 107 °C en un evaporador a 1 bar (abs.) (100 kPa). De este modo, cuando se usa un bucle de transferencia de calor intermedio monofásico con un evaporador de paso único, se puede extraer calor de la mezcla de reacción de ácido nítrico a temperaturas más bajas que con el bucle de acoplamiento de transferencia de calor intermedio de agua de ebullición/condensación, lo que aumenta la cantidad de calor recuperado de la mezcla de reacción

10

15

Una ventaja adicional de un evaporador de paso único sobre un evaporador de recirculación puede ser que el flujo forzado de solución de nitrato de amonio puede hacerlo menos propenso al ensuciamiento con sólidos cristalinos que el intercambiador de calor sumergido, donde las caídas de presión desarrolladas por la circulación natural normalmente serán mucho más bajas que las que surgen con el flujo de paso único, y por lo tanto habrá menos probabilidades de limpiar las obstrucciones que se estén desarrollando.

20

El separador o cada uno de los separadores (si hubiera dos) en los que se separan las fases de vapor y de líquido del evaporador puede comprender un recipiente separador de cualquier tipo conocido en la técnica. Como se ha indicado anteriormente en el contexto de una realización de la invención, con el fin de ayudar a la separación de las gotitas de líquido del vapor del evaporador, se puede emplear un dispositivo desnebulizador de una forma u otra hacia el extremo superior del recipiente separador y, con el fin de evitar la deposición de sólidos en un dispositivo de esta clase, se puede rociar con líquido de lavado. El líquido de lavado puede comprender agua condensada (como se ha descrito anteriormente) o una solución de ácido nítrico, amoniaco o nitrato de amonio.

25

En una realización de la invención, cuando se emplean dos evaporadores, el líquido de lavado se puede recoger en bandejas de goteo y se puede introducir en el segundo de los dos evaporadores antes de que el líquido residual se introduzca de nuevo a la corriente de solución de nitrato de amonio para eliminar o minimizar la dilución de la solución de nitrato de amonio que de otro modo sería causada por el líquido de lavado.

30

Las impurezas gaseosas pueden entrar en la etapa de producción de ácido nítrico o en la etapa de producción de nitrato de amonio con la alimentación de amoniaco, con la alimentación de oxígeno y/o, si se requiere agua de reposición, con la alimentación de agua. Además, el oxígeno, nitrógeno, argón y otras impurezas gaseosas, que no se ventilan desde un separador después del absorbedor, pueden pasar de la etapa de producción de ácido nítrico a la etapa de producción de nitrato de amonio. Sin embargo, en general, el hidrógeno (que puede entrar con el amoniaco), circulará dentro del procedimiento integrado hasta que reaccione para formar agua en la cámara de combustión de amoniaco; y el exceso de oxígeno y las impurezas gaseosas inertes no condensables, tales como argón y nitrógeno, circularán hasta alcanzar un punto de ventilación, muy probablemente en el separador de ácido después del absorbedor de ácido nítrico.

35

40

Las impurezas disueltas pueden entrar en el procedimiento en el agua de reposición (si la hubiera) y pueden descargarse con el producto de nitrato de amonio.

En algunas circunstancias es posible que la mezcla de reacción (producida en la etapa de producción de ácido nítrico) no pueda proporcionar calor suficiente para concentrar la solución de nitrato de amonio en la extensión requerida. Entonces, en ausencia de otra fuente de calor a una temperatura suficientemente alta dentro del procedimiento integrado para impulsar el procedimiento de evaporación, se pueden adoptar medidas alternativas, tales como la evaporación de múltiples efectos y/o la importación de calor de una fuente externa.

45

En una realización de la invención en la que, por ejemplo, la alimentación de amoniaco desde la etapa de producción de nitrato de amonio hasta la etapa de producción de ácido nítrico comprende aproximadamente el 100 % del componente amoniaco de la alimentación de oxidante, deberá emplearse un procedimiento de puesta en marcha para iniciar la producción del ácido nítrico y la consecuente producción de una mezcla de nitrato de amonio-vapor de dos fases, para proporcionar la retroalimentación de una mezcla de vapor-amoniaco a la etapa de producción de ácido nítrico. Dicho procedimiento de puesta en marcha se describe en términos generales más adelante en esta memoria descriptiva.

50

55

La invención se comprenderá con mayor profundidad a partir de la siguiente descripción de cuatro realizaciones ilustrativas de procedimientos integrados para producir nitrato de amonio. Las descripciones se proporcionan a modo

de ejemplo con referencia a los diagramas de flujo esquemáticos como se muestra en los dibujos adjuntos.

Breve descripción de los dibujos

En los dibujos,

- 5 La Figura 1 muestra una primera realización del procedimiento integrado, en el que todo el vapor y el amoniaco dentro de una alimentación de oxidante a una etapa de producción de ácido nítrico proceden de una etapa de producción de nitrato de amonio,
- la Figura 2 muestra una segunda realización del procedimiento integrado, en el que se condensa una corriente de vapor y se emplea como agua de lavado para un dispositivo desnebulizador dentro de cada uno de dos separadores de vapor-nitrato de amonio dentro de la etapa de producción de nitrato de amonio,
- 10 la Figura 3 muestra una variación de la realización de la Figura 2, en la que se recupera una mezcla de agua de lavado y de nitrato amonio de los separadores dentro de la etapa de producción de nitrato de amonio y
- la Figura 4 muestra una tercera realización del procedimiento integrado, en el que, como alternativa al oxígeno, se emplea aire como gas de oxidación en la etapa de producción de ácido nítrico.

Descripción detallada de las realizaciones ilustrativas

- 15 El procedimiento integrado de producción de nitrato de amonio, como se ilustra en las Figuras 1 a 4 implica dos procedimientos interdependientes, uno realizado en una etapa de producción de ácido nítrico ("etapa de ácido nítrico") 10 que se muestra a la izquierda de la línea mediana 11 en el diagrama y el otro realizado en una etapa de producción de nitrato de amonio (etapa de NA) 12 como se muestra a la derecha de la línea mediana 11.

- 20 En términos generales, se hace reaccionar una corriente de ácido nítrico diluido 13 procedente de la etapa de ácido nítrico 10 con una corriente de amoniaco 14 en la etapa de NA 12 para formar una corriente de nitrato de amonio de dos fases que tiene una fase de vapor que consiste predominantemente en vapor y amoniaco y una solución de nitrato de amonio en fase líquida. La fase líquida se concentra entonces por evaporación para formar una corriente de producto de nitrato de amonio 15 de una concentración requerida. La concentración se puede efectuar por medio de un solo evaporador y un separador asociado como se muestra en las Figuras 1 y 4 o, como se ilustra en las
- 25 Figuras 2 y 3, mediante el empleo de dos evaporadores conectados en serie y separadores asociados.

- En la etapa de ácido nítrico 10, una alimentación de oxidante ("alimentación de cámara de combustión") 16, compuesta por un componente de alimentación de mezcla de amoniaco-vapor 17 y un gas de oxidación que comprende un componente de alimentación de oxígeno 18, como se muestra en las Figuras 1 a 3, o 18D como se muestra en la Figura 4, se introduce a un oxidante ("cámara de combustión") 19. Ambos o, más exactamente, los
- 30 tres componentes (amoniaco, vapor y gas de oxidación) de la alimentación de la cámara de combustión se suministran a una presión ligeramente mayor que la presión de la cámara de combustión de aproximadamente 2 bares (abs.) (200 kPa) y a una temperatura suficiente para impedir la formación de condensado en la alimentación. Con este fin, la línea de suministro para el componente de alimentación de mezcla de amoniaco y vapor 17 se puede calentar a lo largo de al menos una porción de su longitud para evitar cualquier caída de temperatura a lo largo de la
- 35 línea.

- En las realizaciones de las Figuras 1 a 3 la alimentación de gas de oxidación 18 comprende oxígeno, mientras que en la realización de la Figura 4, la alimentación de gas de oxidación 18D comprende aire. Aspectos de la invención que se ilustran en la Figura 4, particularmente en relación con el suministro de aire como gas de oxidación, se describen con más detalle más adelante en esta memoria descriptiva. Como se ilustra en cada una de las Figuras 1 a 3, el 100 % del componente de vapor de la alimentación de oxidante 16 procede de la etapa de NA 12. Sin embargo, se apreciará que, dentro del contexto de la invención, se puede derivar sustancialmente todo (por ejemplo, el 80 % o más) del vapor de la etapa de NA, con una pequeña alimentación de reposición derivada de una fuente alternativa (no mostrada). De forma similar, mientras que, tal como se ilustra, el 100 % del componente de amoniaco de la alimentación de oxidante procede y es arrastrado en el vapor de la etapa de NA 12, una porción (normalmente
- 40 pequeña pero posiblemente hasta un máximo del 90 %) del componente de amoniaco puede proceder de una fuente alternativa (no mostrada).

- La cámara de combustión 19 puede comprender cualquier tipo de oxidante de amoniaco conocido en la técnica para su uso en la conversión catalítica a alta temperatura de una mezcla de amoniaco-oxígeno y puede emplear cualquier tipo conocido de sistema catalítico, incluyendo un lecho de óxido de cobalto. En una forma adecuada puede
- 50 incorporar un catalizador de platino-rodio en forma de capas de gasa tejidas o tricotadas. En otra forma, la cámara de combustión se puede configurar como un intercambiador de calor-reactor en el que el calor liberado durante la reacción se transfiere simultáneamente a un refrigerante.

- La alimentación 16 de vapor de agua-amoniaco de balasto-gas de oxidación a la cámara de combustión 19 se calienta por una combinación de conducción, convección y radiación a la temperatura de reacción por las capas de catalizador y reacciona sobre las capas de catalizador para formar una mezcla de reacción que incluye una corriente de gas nitroso. Excepto cuando la oxidación se efectúa en un intercambiador de calor-reactor, el procedimiento global es sustancialmente (es decir, casi) adiabático y la temperatura alcanzada (asumiendo una conversión completa y altamente selectiva de amoniaco a monóxido de nitrógeno) es principalmente una función de la
- 55

concentración de amoníaco presente, la cantidad de vapor de balasto presente y el nivel de precalentamiento de la alimentación. La temperatura normalmente será de 800 °C aproximadamente cuando la relación molar de agua a amoníaco en la alimentación de partida sea de aproximadamente 5,6 y la fracción molar de amoníaco en la alimentación de la cámara de combustión es de aproximadamente el 11,4 %. Dicha composición de alimentación de cámara de combustión está fuera de los límites de explosión esperados de amoníaco y da lugar a un producto de ácido nítrico de aproximadamente el 20 % a aproximadamente el 37 % dependiendo de la cantidad de agua que esté contenida en la mezcla de reacción.

La mezcla de reacción resultante, que incluye monóxido de nitrógeno y vapor de agua, indicada como corriente 20, se introduce a un intercambiador de calor 21 posterior, donde la mezcla de reacción se enfría a una temperatura por encima del nivel de punto de rocío (por ejemplo, a una temperatura del orden de 140 °C) por intercambio de calor con un fluido de transferencia de calor tal como agua en ebullición, agua monofásica presurizada o aceite.

Al salir del intercambiador de calor 21, la mezcla de reacción enfriada 20, en la que el monóxido de nitrógeno habrá comenzado a oxidarse, se introduce a un absorbedor en forma de intercambiador de calor 22. La condensación del vapor de agua y la oxidación continua del monóxido de nitrógeno y las reacciones concurrentes que dan lugar a la formación de ácido nítrico, en el intercambiador de calor 22, están gobernadas por las presiones y temperaturas operativas empleadas en el sistema. Se intercambia calor entre la mezcla de reacción enfriada 20 (a medida que avanza a través de los canales 23 del intercambiador de calor 22) y un fluido de intercambio de calor 25, normalmente agua, que está dirigido a contracorriente por los canales 24 del intercambiador de calor 22.

El intercambiador de calor 22 puede comprender cualquier tipo de intercambiador de calor que se conoce en la técnica como adecuado para su uso en la condensación/oxidación de la alimentación de la mezcla de reacción 20 para diluir el ácido nítrico, incluyendo un intercambiador de calor de tipo carcasa y tubo, un intercambiador de calor de tipo de aleta ventilador, un intercambiador de calor de tipo placa o un intercambiador de calor de tipo circuito impreso. Los pasos de flujo de fluido dentro del intercambiador de calor deseablemente tienen unas dimensiones pequeñas de la sección transversal (por ejemplo, menos de aproximadamente 3 mm y preferentemente menos de 2 mm de diámetro equivalente) para ayudar a la transferencia de masa y calor y para facilitar la compacidad del intercambiador de calor. Además, aunque se muestra un único intercambiador de calor para fines ilustrativos en las respectivas figuras, el intercambiador de calor puede comprender un único intercambiador de calor o puede estar constituido por una pluralidad de intercambiadores de calor conectados en paralelo o en serie, dependiendo de las demandas de procesamiento. El fluido de intercambio de calor 25 puede comprender cualquier fluido (es decir, líquido o gas) apropiado al tipo de intercambiador de calor que se emplea.

Los gases que no se condensan o absorben en el intercambiador de calor se separan del ácido nítrico, para formar un gas de cola 26, por un separador 27, dejando la corriente de ácido nítrico libre de gas 13. Los componentes principales del gas de cola 26 serán exceso de oxígeno no reaccionado, argón y otras impurezas introducidas con la alimentación de oxígeno al procedimiento, nitrógeno y óxido nitroso formados como subproductos en la cámara de combustión y vapor de agua.

El gas de cola que sale del separador 27 también contendrá concentraciones muy bajas de gases nitrosos. Sin embargo, tal como se ilustra, el gas de cola se puede introducir desde el separador 27 a otro separador 27A por medio de un enfriador-condensador 27B, actuando estos recipientes eficazmente para proporcionar una absorción y reacción posterior a la proporcionada en el intercambiador de calor 22. Los gases nitrosos y el vapor de ácido nítrico absorbido en el enfriador-condensador crean una corriente de ácido muy débil (normalmente <2 %) que se introduce nuevamente al separador 27, eliminando efectivamente la emisión de vapor de ácido nítrico y reduciendo sustancialmente las emisiones de NOx del procedimiento mientras también se aumenta ligeramente el rendimiento del producto.

El oxígeno suplementario, si se requiere, se puede inyectar en la corriente de la mezcla de reacción 20 para proporcionar un pequeño exceso de suministro de oxígeno para facilitar la oxidación completa del monóxido de nitrógeno en la mezcla de reacción.

De forma similar, si se requiere, se puede inyectar vapor o agua suplementarios en la corriente de la mezcla de reacción 20 para proporcionar suficiente condensado para facilitar la oxidación y absorción completas del dióxido de nitrógeno.

La corriente de ácido nítrico diluido 13 desde el separador de fases 27, aproximadamente a la presión de absorción, es bombeada por una bomba 28 a una presión ligeramente superior a la del siguiente reactor de nitrato de amonio 29 y un evaporador 30 para permitir caídas de presión a través del equipo intermedio.

El reactor de nitrato de amonio 29, como se ilustra, comprende simplemente una longitud de tubo adiabático o conducto en el que la fase líquida de la corriente bifásica, resultante de la reacción, solo se concentrará parcialmente.

La corriente de ácido nítrico caliente presurizado 13 se mezcla con la alimentación de amoníaco gaseoso 14 a una presión similar y se introduce al reactor 29 dando lugar a la corriente de reacción 33 que comprende una corriente de dos fases que consiste en una solución de nitrato de amonio en la fase líquida y una mezcla de vapor/amoníaco

en la fase de vapor. En general, alrededor del 39 % de este flujo de dos fases será el nitrato de amonio. La liberación de calor de reacción da lugar a la vaporización de agua en la fase de vapor y, en consecuencia, a la concentración parcial del nitrato de amonio dentro de la fase líquida. Un exceso suficiente de amoniaco 14 se introduce a la etapa de NA 12 para satisfacer el requerimiento completo de componente de amoniaco de la alimentación de oxidante 16 para la etapa de ácido nítrico 10.

Después de pasar a través del intercambiador de calor- evaporador 30, la corriente 33 se introduce a un separador de gravedad 34, del que emerge la solución de nitrato de amonio 15 (a una concentración de aproximadamente el 80 %) y la corriente de vapor 17, siendo esta última predominantemente una mezcla de vapor y amoniaco, que se devuelve a la etapa de ácido nítrico 10. La concentración de la solución de nitrato de amonio puede descender hasta un nivel de concentración del 67 % desde aproximadamente el 80 % de concentración si se diluye con agua (como se indica a continuación en relación con la Figura 2) a partir de un dispositivo desnebulizador 36, y se observa en este punto que, en el caso de que se hiciera que se produjera dicha dilución, se podría obviar en el procedimiento (que se describirá más adelante) como se ilustra en la Figura 3.

Debido a que la presión en el separador 34 será ligeramente superior a la presión en la cámara de combustión 19, la mezcla de vapor/amoniaco puede fluir desde el separador hasta la cámara de combustión 19 sin ayuda de compresión mecánica.

El dispositivo desnebulizador 36 está situado dentro del separador 34 y se emplea para ayudar al desacoplamiento de gotitas de líquido que contienen nitrato de amonio del vapor. En la realización de la invención ilustrada en la Figura 1, se proporciona una fuente externa 35 de agua de lavado para pulverizar el dispositivo desnebulizador según sea necesario, por ejemplo durante la puesta en marcha o parada del procedimiento.

El dispositivo desnebulizador 36 puede comprender múltiples almohadillas desnebulizadoras, por ejemplo, una inferior de aspas de galón y una superior de malla de punto.

Para asegurar que no se produce el enfriamiento de la corriente de alimentación 17 y, por lo tanto, para asegurar que la mezcla 16 de alimentación de la cámara de combustión está sobrecalentada y no contiene gotitas de agua que puedan afectar al catalizador de combustión, la corriente de vapor 17, en caso necesario, se puede calentar durante su paso a la cámara de combustión 19 y/o la alimentación de gas de oxidación 18 a la cámara de combustión se puede calentar por intercambio térmico con el calor transferido de la mezcla de reacción 20. En algunos casos, la alimentación de gas de oxidación 18 puede estar suficientemente caliente (por ejemplo de 100 °C a 180 °C), debido a la compresión en un compresor, para que no se requiera un precalentamiento adicional de la alimentación.

La solución de nitrato de amonio 15 procedente del separador 34 pasa a través de una válvula de descarga de presión 37 por medio de un refrigerador 38 para evitar la vaporización súbita de la solución en la válvula.

En las realizaciones de la invención como se ilustra en las Figuras 2 y 3, la corriente de ácido nítrico diluido 13 procedente del separador de fases 27 y la corriente de amoniaco 14 se precalientan en un intercambiador de calor 31 mediante transferencia de calor (a través de un bucle de fluido B) desde un condensador de agua de lavado 32.

Se añade calor a la corriente de ácido nítrico 13 y a la corriente de amoniaco 14 en el intercambiador de calor 31 para asegurarse de que parte del calor de reacción liberado por la reacción de nitrato de amonio genere vapor. Por ejemplo, al precalentar los reactivos a 95 °C, se liberará suficiente calor para concentrar la solución de nitrato de amonio en la fase líquida de la corriente 33 al 46 % dentro del reactor, con el resto del calor de evaporación que se proporciona al primer evaporador 30 y a un segundo evaporador 30A mediante transferencia de calor (a través del bucle de fluido A) desde el intercambiador de calor 21.

Después de pasar a través del primer intercambiador de calor- evaporador 30, la corriente 33 es introducida a un primer separador gravitatorio 34, del cual emerge la solución de nitrato de amonio 35 y la corriente de vapor 17, esta última que es predominantemente una mezcla de vapor y amoniaco que, como se ha descrito anteriormente en el contexto de la Figura 1, se devuelve a la etapa de ácido nítrico 10.

El dispositivo desnebulizador 36 está situado dentro del separador 34 y se emplea para ayudar al desacoplamiento de gotitas de líquido que contienen nitrato de amonio del vapor. Para evitar la acumulación de sólidos de nitrato de amonio en el dispositivo, la cara inferior del componente o de cada componente, si hay más de uno, del dispositivo 36 se rocía con agua de una corriente 40.

Deben evitarse cantidades sustanciales de nitrato de amonio en la alimentación de oxidante, ya que cualquier solución de nitrato de amonio depositada en la tubería de alimentación se podría secar bajo ciertas condiciones (por ejemplo, en la puesta en marcha o apagado) y presentar peligro de explosión. La pulverización del dispositivo desnebulizador 36 puede ser necesaria en algunas circunstancias para lograr un alto grado de separación de líquido-vapor. Además, es deseable que la concentración de nitrato de amonio en el vapor hacia el oxidante sea varios órdenes de magnitud (por ejemplo, 5) inferior a la de la solución de nitrato de amonio.

Debido a que la corriente de alimentación de vapor 17 está en contacto con la corriente de agua líquida 40 en la almohadilla desnebulizadora 36, se puede producir el enfriamiento de la corriente de vapor. Para asegurarse de que la mezcla de alimentación de la cámara de combustión 16 está sobrecalentada y no contiene gotitas de agua que puedan afectar al catalizador de la cámara de combustión, la corriente de vapor 17 se puede calentar durante su paso a la cámara de combustión 19 y/o al componente de alimentación de oxígeno 18 a la cámara de combustión por intercambio térmico con calor transferido de la mezcla de reacción 20.

En la realización de la Figura 2, la solución de nitrato de amonio 41 procedente del separador 34 se concentra adicionalmente (hasta aproximadamente el 83 %) en el segundo intercambiador de calor- evaporador 30A, del que pasa a un segundo separador gravitatorio 42 por medio de una válvula 43 en la que se produce una evaporación adicional por vaporización súbita. La mezcla resultante de nitrato de amonio-vapor de dos fases (con poco amoniaco en la fase de vapor) se separa adicionalmente como corriente de vapor 44 y la corriente de producto en solución de nitrato de amonio 15. La disolución se diluye de nuevo por goteo de agua desde un dispositivo desnebulizador 45.

El dispositivo desnebulizador 45 está situado dentro del separador 42 y, como en el caso del dispositivo desnebulizador 36, se emplea para ayudar al desacoplamiento de gotitas de líquido que contienen nitrato de amonio del vapor. El dispositivo 45 se pulveriza con agua de una corriente 46 para evitar la acumulación de sólidos de nitrato de amonio.

La corriente de vapor 44 se hace pasar a través del condensador parcial 32 y un condensador completo 47 posterior, y el condensado de agua se suministra por una bomba 48 a las dos corrientes de agua de lavado 40 y 46.

La realización de la invención ilustrada en la Figura 3 es similar a la descrita anteriormente con referencia a la Figura 2 y, como en el caso de las realizaciones de las Figuras 1 y 2, se usan números de referencia similares para identificar componentes similares. Sin embargo, en la Figura 3, el agua de lavado que contiene nitrato de amonio que ha sido arrastrada como gotitas de disolución en la fase de vapor del separador se recupera en las bandejas de goteo 49 en cada uno de los separadores 34 y 42 y se hace pasar a través del segundo evaporador 30A antes de entrar en el segundo separador 42. Con esta disposición, se elimina la dilución que de otro modo se produciría por la mezcla del agua de lavado que se drena de los dispositivos desnebulizadores con solución concentrada de nitrato de amonio de los evaporadores o, al menos, se minimiza.

El primer evaporador 30 funciona, en efecto, como un único evaporador de solución de nitrato de amonio que produce una solución concentrada de nitrato de amonio, con el segundo evaporador 30A que recibe una solución de nitrato de amonio muy diluida a partir de la cual el agua de lavado se recupera por evaporación de la mayor parte del agua. La solución de nitrato de amonio muy diluida que drena de los dispositivos desnebulizadores 36 y 45 se recupera en los separadores antes de evaporarse en el segundo evaporador 30A y el residuo líquido se mezcla con la solución concentrada de nitrato de amonio.

En las realizaciones tanto de la Figura 2 como de la Figura 3, el segundo separador 42 se opera de forma deseable a una presión menor que el primer separador 34, de manera que se producirá una evaporación adicional de la solución de nitrato de amonio al pasar por la válvula 43 desde la presión más alta hasta la más baja.

En la puesta en marcha de los procedimientos descritos anteriormente, como por ejemplo el ilustrado por la Figura 1, se puede emplear una fuente de calor externa para calentar el bucle de fluido A a unas temperaturas adecuadas que se aproximen a las empleadas en el funcionamiento en estado estacionario del procedimiento. Se puede introducir agua en el separador de ácido nítrico 27 o se puede instalar un depósito de puesta en marcha separado en paralelo con el separador 27, permitiendo, por ejemplo, la generación de vapor en el evaporador o evaporadores y, por consiguiente, la circulación del vapor de balasto a través del oxidante. En algunas circunstancias, puede preferirse mezclar el agua con nitrato de amonio extraído del separador 34 antes del evaporador. Una vez establecida la circulación del vapor de balasto, el amoniaco y el oxígeno se pueden introducir con seguridad en el vapor de balasto y el oxidante se enciende por un procedimiento establecido, iniciando así la producción de ácido nítrico y, en consecuencia, de nitrato de amonio.

Ahora se hace referencia a la realización ilustrativa mostrada en la Figura 4. En algunos aspectos, esto es similar a lo descrito anteriormente con referencia a la Figura 1 y, de nuevo, se utilizan números de referencia iguales para identificar componentes similares.

En la etapa de ácido nítrico 10 al oxidante 19 se introduce una alimentación de oxidante 16, compuesta por un componente de alimentación de mezcla de amoniaco-vapor 17 y un componente de alimentación de gas de oxidación 18D.

Como se indica en la Figura 4, el gas de oxidación comprende aire (a diferencia del oxígeno identificado como el gas de oxidación en los procedimientos descritos con referencia a las Figuras 1 a 3) y, aunque no es esencial para el procedimiento, como se ilustra, la alimentación de aire 18D se hace pasar a través de un intercambiador de calor 18E donde se precalienta mediante intercambio de calor con la corriente de gas de reacción 20. Cuando se proporciona vapor de balasto suficiente para producir ácido nítrico a aproximadamente el 33,5 % de ácido, se necesitará precalentar el aire a aproximadamente 600 °C para que se consiga la temperatura requerida del oxidante. Sin embargo, cuando se recicla una cantidad menor de vapor de balasto, por ejemplo produciendo una

concentración al ácido nítrico de aproximadamente el 47 %, el aire se puede calentar suficientemente por compresión para que no se requiera un precalentamiento adicional.

5 La alimentación de aire 18D se selecciona de manera que solo se introduce aire suficiente al oxidante 19 para proporcionar la oxidación completa de la alimentación de amoníaco al oxidante. Se introduce aire adicional, según se requiere para permitir la oxidación de los gases de reacción hasta el punto de producción de ácido nítrico, a la corriente de gas de reacción 20 en uno o más de los puntos de alimentación 18A a 18C que preceden al intercambiador de calor/absorbedor 22.

10 Otros aspectos del procedimiento ilustrados por la Figura 4 son sustancialmente los mismos que los que se han descrito anteriormente con referencia a la Figura 1, aunque la medida en que el vapor se recicla en el procedimiento dará lugar a diferentes composiciones en diferentes puntos del procedimiento.

15 La temperatura de la mezcla de reacción en la cámara de combustión 19 normalmente será de aproximadamente 800 °C y el producto final de ácido nítrico tendrá una concentración de aproximadamente el 20 % a aproximadamente el 50 %. Por ejemplo, cuando el ácido nítrico tiene una concentración de aproximadamente el 47 % y la alimentación de oxidante tiene una composición de aproximadamente el 10 % de amoníaco, el 13 % de oxígeno y el 28 % de vapor, siendo el resto predominantemente nitrógeno y argón del aire, (es decir, la fase líquida) que emerge del reactor de nitrato de amonio 29, antes del evaporador 30, tendrá una concentración de aproximadamente el 68 %.

20 El intercambiador de calor 22, como se ha descrito anteriormente, puede comprender cualquier tipo de intercambiador de calor, que incluye una pluralidad de intercambiadores de calor conectados en serie o en paralelo. Como ya se ha dicho, cuando como en el caso de la Figura 4 el gas de oxidación comprende aire, el intercambiador de calor tendrá que ser más grande (normalmente en dos órdenes de magnitud) que uno que se emplearía cuando el gas de oxidación comprende un gas más rico en oxígeno.

25 Los gases que no se condensan o absorben en el intercambiador de calor 22 se separan del ácido nítrico para formar el gas de cola 26, por el separador 27, dejando la corriente de ácido nítrico libre de gas 13. A diferencia de las realizaciones de las Figuras 1 a 3, el componente principal del gas de cola será el nitrógeno contenido dentro del gas de oxidación (es decir, aire).

Pueden realizarse variaciones y modificaciones con respecto a las realizaciones de la invención descritas anteriormente sin apartarse del alcance de la invención como se define en las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de nitrato de amonio en el que:
 - a) una alimentación de oxidante gaseoso compuesto al menos sustancialmente de amoniaco, vapor y un gas de oxidación que comprende oxígeno se expone a condiciones en las que el amoniaco se oxida para producir una mezcla de reacción que incluye monóxido de nitrógeno y vapor de agua,
 - b) la mezcla de reacción se enfría en un intercambiador de calor por lo que el monóxido de nitrógeno se oxida, el vapor de agua se condensa y los productos de la oxidación del monóxido de nitrógeno reaccionan con el agua condensada y son absorbidos por el agua condensada para formar una corriente de ácido nítrico, con lo que sustancialmente todo el monóxido de nitrógeno en la mezcla de reacción que se convierte en ácido nítrico,
 - c) la corriente de ácido nítrico se hace reaccionar con una corriente de amoniaco en una etapa de producción de nitrato de amonio para formar el nitrato de amonio,
 - d) al menos el 80 % del vapor dentro de la alimentación de oxidante procede de la etapa de producción de nitrato de amonio y
 - e) al menos el 10 % del amoniaco dentro de la alimentación de oxidante procede y es arrastrado por el vapor de la etapa de producción de nitrato de amonio.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el vapor derivado de la etapa de producción de nitrato de amonio comprende aproximadamente el 100 % del componente de vapor de la alimentación de oxidante gaseoso; y en el que el amoniaco derivado de la etapa de producción de nitrato de amonio comprende al menos el 80 % y hasta el 100 % del componente de amoniaco de la alimentación de oxidante gaseoso, el resto de la alimentación de amoniaco requerida que procede de una fuente diferente.
3. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el vapor y el amoniaco procedentes de la etapa de producción de nitrato de amonio comprenden aproximadamente el 100 % de los componentes de vapor y amoniaco, respectivamente, de la alimentación de oxidante gaseoso.
4. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que una alimentación de amoniaco se introduce a la etapa de producción de nitrato de amonio en una cantidad aproximadamente igual a la cantidad total que se va a consumir en la etapa de producción de nitrato de amonio y en la etapa de producción de ácido nítrico.
5. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el gas de oxidación comprende un gas que contiene al menos el 80 %, preferentemente al menos el 95 % de oxígeno.
6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el gas de oxidación en la alimentación de oxidante se proporciona en una cantidad suficiente para oxidar sustancialmente todo el amoniaco en la alimentación de oxidante y sustancialmente todo el monóxido de nitrógeno en la mezcla de reacción.
7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el gas de oxidación en la alimentación de oxidante se proporciona en una cantidad suficiente para oxidar sustancialmente todo el amoniaco en la alimentación de oxidante y algo de monóxido de nitrógeno en la mezcla de reacción y en el que se añade gas de oxidación adicional a la mezcla de reacción para facilitar la oxidación sustancialmente completa del monóxido de nitrógeno en la mezcla de reacción.
8. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el gas de oxidación comprende aire.
9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el gas de oxidación en la alimentación de oxidante se proporciona en una cantidad solo suficiente para oxidar sustancialmente todo el amoniaco en la alimentación de oxidante y en el que se añade gas de oxidación adicional a la mezcla de reacción para facilitar la oxidación sustancialmente completa del monóxido de nitrógeno en la mezcla de reacción, el gas de oxidación adicional que se admite a la mezcla de reacción después de la oxidación del amoniaco y antes del intercambiador de calor.
10. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8 o la reivindicación 9, en el que el gas de oxidación se calienta antes de mezclarse con los componentes de vapor y amoniaco de la alimentación de oxidante, tal como por intercambio de calor con la mezcla de reacción.
11. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la solución de nitrato de amonio se concentra en un evaporador dentro de la etapa de producción de nitrato de amonio.
12. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que se proporciona un separador de fases para recibir una corriente de dos fases (nitrato de amonio-vapor) del evaporador, y en el que el vapor se separa de la corriente de dos fases en el separador y se devuelve a la etapa de producción de ácido nítrico, para formar el componente de vapor de la alimentación de oxidante, junto con el amoniaco arrastrado que se suministra a la etapa de producción de nitrato de amonio en exceso del que se consume al reaccionar con el ácido nítrico.

- 5 13. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la solución de nitrato de amonio se concentra en dos evaporadores, un primer y un segundo evaporadores conectados en serie, en el que se proporciona un primer separador de fases para recibir una corriente de dos fases (nitrato de amonio-vapor) del primer evaporador, y en el que el vapor se separa de la corriente de dos fases en el primer separador y se devuelve a la etapa de producción de ácido nítrico para formar el componente de vapor de la alimentación de oxidante, junto con amoniaco arrastrado que se suministra a la etapa de producción de nitrato de amonio en exceso del que se consume al reaccionar con el ácido nítrico.
- 10 14. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, en el que se proporciona un segundo separador de fases para recibir una corriente de dos fases del segundo evaporador y en el que el vapor se separa de la corriente de dos fases en el segundo separador de fases y en un estado condensado, como agua de lavado, se emplea un dispositivo desnebulizador que está situado en uno o en cada uno del primero y segundo separadores de fase.
- 15 15. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el monóxido de nitrógeno en una cantidad que se aproxima al 100 % de la de la mezcla de reacción se convierte en ácido nítrico en la etapa de producción de ácido nítrico.

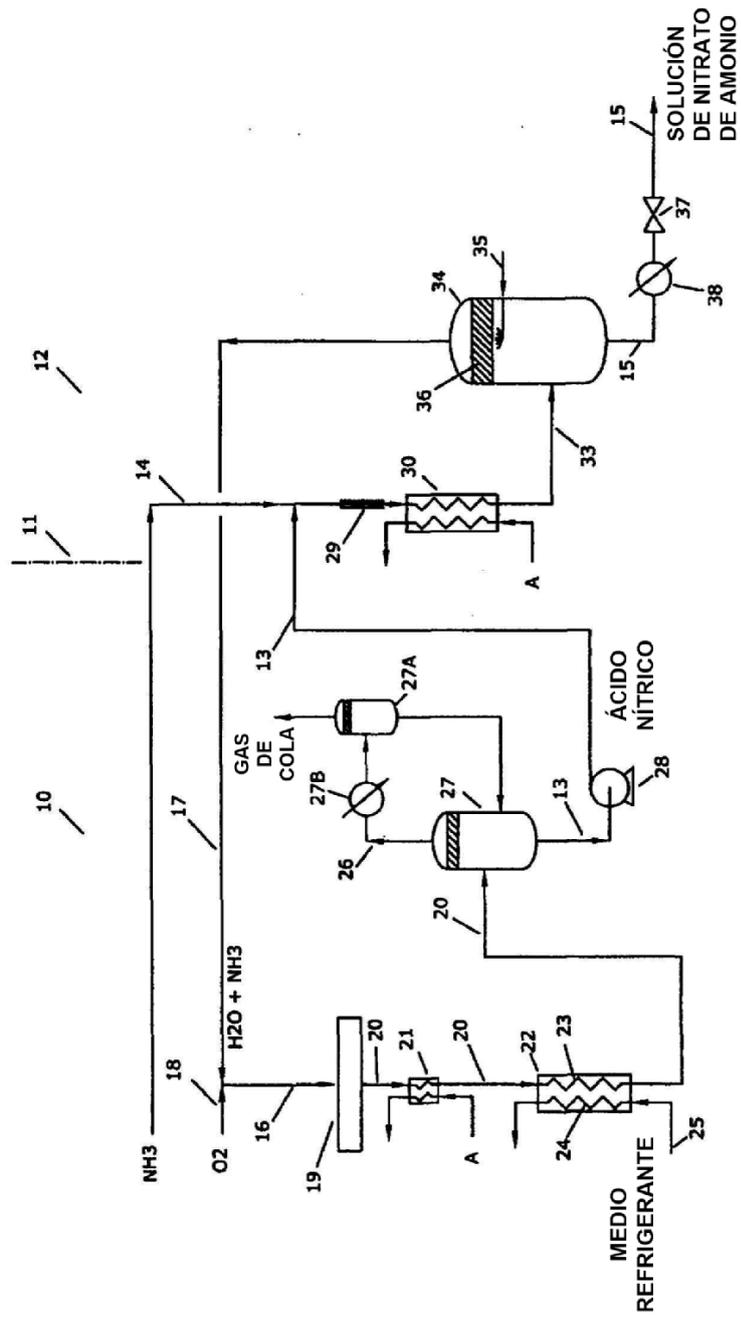


Figura 1

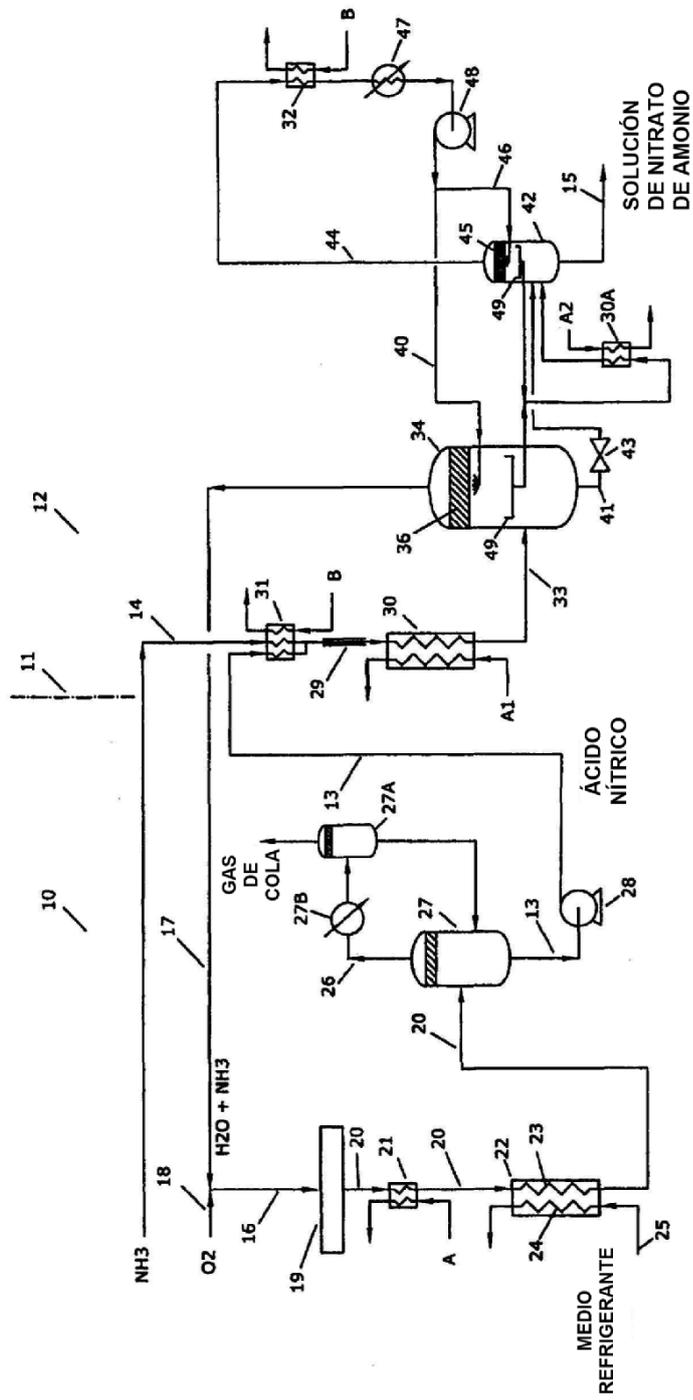


Figura 3

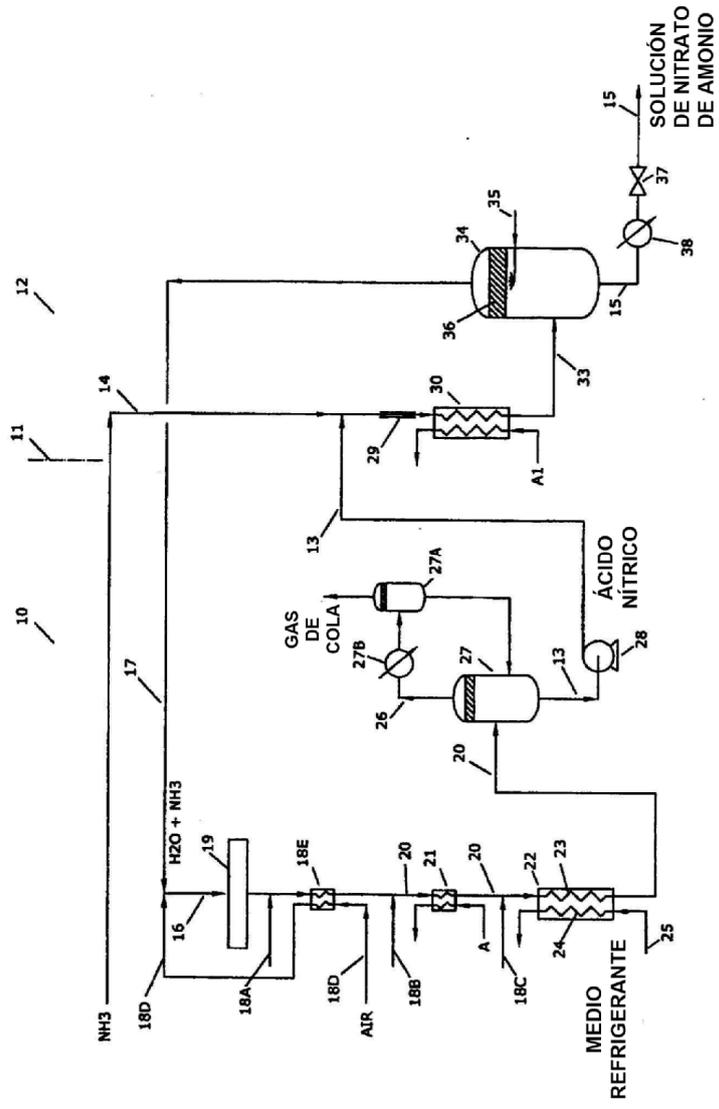


Figura 4