



PATENTE DE INTRODUCCION

329971

Memoria Descriptiva
sobre

"PROCEDIMIENTO PARA FRACCIONAR SOLUCIONES ACUOSAS
DE SULFUROS AMONICOS".

==.==.==.==.==.==

Solicitante: CHEVRON RESEARCH COMPANY, entidad norteamericana,
residente en San Francisco, California, EE.UU. de
America.

==.==.==.==.==.==

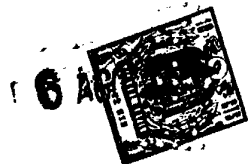
Este invento se refiere a un procedimien
to para fraccionar soluciones acuosas de sulfuros
amónicos. En otro aspecto, el invento se refiere a
procedimientos para separar amoniaco y sulfuro de
5. hidrógeno de corrientes efluentes del proceso de hi-



drogenación de hidrocarburos.

- Uno de los fines de este invento es proporcionar un procedimiento para recuperar por separado amoniaco de gran pureza de una solución acuosa que contenga amoniaco y sulfuro de hidrógeno formados por la reacción del hidrógeno con compuestos de nitrógeno y compuestos de azufre contenidos en un aceite hidrocarbúrico cuando el aceite se pone en contacto con hidrógeno en condiciones de reacción, produciendo por tanto una corriente efluente de reacción que contiene amoniaco y sulfuro de hidrógeno, por cuyo procedimiento la corriente efluente se lava o depura con una corriente acuosa para eliminar el amoniaco y sulfuro de hidrógeno y producir dicha solución acuosa.
- 5.
- 10.
- 15.

- Los aceites hidrocarbúricos derivados del petróleo y fuentes similares contienen cantidades variables de compuestos de nitrógeno y compuestos de azufre. En el curso del refino de los aceites es conveniente frecuentemente separar dichos compuestos porque imprimen características indeseables, como son olor desagradable, corrosividad, color deficiente y otras propiedades similares a los productos comerciales. Además, los compuestos pueden ejercer efectos deletéreos en varios procesos del refino catalítico aplicados a los aceites, como los compuestos del nitrógeno que desactivan en particular a ciertos catalizadores de hidrocracking y tienen la tendencia de producir gas y coque en exceso en los procesos de fraccionamiento catalítico de las cadenas
- 20.
- 25.
- 30.



- hidrocarbonadas. Se han ideado varios procedimientos para separar los compuestos de nitrógeno y azufre de los aceites, siendo quizá el mejor y más común de todos ellos el hidrocracking catalítico por el que los compuestos de nitrógeno y azufre se convierten en NH_3 y H_2S por reacción con hidrógeno, promovida normalmente mediante el empleo de temperaturas y presiones elevadas y catalizadores de hidrogenación. Reacciones similares de los compuestos de nitrógeno y azufre con hidrógeno para formar NH_3 y H_2S tienen lugar también en otros procesos como son el cracking térmico y catalítico, reformación e hidrocracking, que no están específicamente ideados para este fin. Por tanto, se producen diversos efluentes de reacción que contienen NH_3 y H_2S .
- 5.
- 10.
- 15.

- La separación de NH_3 y H_2S de dichas corrientes efluentes de la reacción de hidrocarburos puede realizarse lavando con agua, preferiblemente a presión elevada y baja temperatura. Para obtener el grado deseado de separación, no obstante, es a menudo necesario emplear una cantidad bastante grande de agua para que se forme una solución diluida acuosa de NH_3 y H_2S . Ha sido práctica común formar soluciones tan diluidas que pueden tirarse después como aguas residuales deacargándolas en raras, estuarios, ríos, lagos, arroyos y estanques. Con el aumento de urbanización y concentración de complejos industriales, no obstante, surge rápidamente la situación de que la contaminación de las aguas cerca de centros urbanos ya no puede tolerarse. La refi-
- 20.
- 25.
- 30.



5. nería se ve obligada así a hacer gastos considerables para deshacerse de esas aguas residuales, bien mediante una dilución extrema o por oxidación biológica o procedimientos similares de tratamiento para hacer inofensivos a la vida marina el NH_3 y H_2S con taminantes.

10. No es posible recuperar grandes producciones de NH_3 y H_2S con gran pureza por simple destilación de las soluciones acuosas que contienen H_2S además de NH_3 . Se puede llevar a cabo un tipo de destilación para separar una parte de H_2S de la solución, pero a medida que disminuye la concentración de H_2S residual en el líquido restante, se alcanza pronto una proporción mínima de limitación entre el H_2S y el NH_3 en cuyo punto la volatilidad relativa del H_2S con respecto al NH_3 es la unidad y deja de ser posible la separación adicional entre el NH_3 y el H_2S por destilación. La solución contiene todavía casi todo el NH_3 y una cantidad sensiblemente contaminante de H_2S . Por ejemplo, hemos averiguado que aún a 232°C la proporción mínima de peso de limitación entre el H_2S y el NH_3 es superior a 0,04. A temperaturas más bajas la proporción de peso mínimo es aún mayor. No parece que el H_2S y el NH_3 se puedan separar de este modo a cualquier temperatura posible. Se ha propuesto concentrar este tipo de solución en NH_3 , para producir sulfato amónico añadiendo ácido sulfúrico, y después destilar el H_2S residual de la solución de ácido. No obstante, muchos usuarios prefieren para fines químicos
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



y fertilizantes usar amoniaco anhidro relativamente puro, amoniaco acuoso o sales de amonio en lugar de sulfato.

- Con el presente invento, se puede recuperar por separado NH_3 y H_2S con una gran pureza partiendo de soluciones acuosas. Así el H_2S se hallará en una forma que puede utilizarse fácilmente, v.g., convirtiéndolo en azufre o ácido sulfúrico, y el NH_3 se hallará también en una forma que encuentra fácil salida en el mercado. De acuerdo con este invento, se recuperan NH_3 y H_2S de gran pureza por separado partiendo de una solución acuosa que contenga NH_3 y H_2S sometiendo a la solución a un proceso de separación de sus componentes en una zona de destilación para obtener un producto de vapor de H_2S en cabeza esencialmente libre de NH_3 , una corriente acuosa residual que contiene sensiblemente menos NH_3 y H_2S que dicha solución y una corriente intermedia que contiene más NH_3 que H_2S , basándonos en sus pesos. Entonces se trata la corriente intermedia para formar una corriente de vapor enriquecida de NH_3 con un contenido controlado de agua y una mayor concentración de NH_3 que la citada corriente intermedia. La corriente enriquecida se condensa entonces parcialmente para formar como parte no condensada, vapores de NH_3 sensiblemente libres de H_2S y como parte condensada agua que contiene más NH_3 que H_2S , tomando su peso por base, y prácticamente todo el H_2S en el chorro de vapor enriquecido. Entonces se elabora adicionalmente la parte con
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



densada de la misma manera descrita para recuperar el H_2S y NH_3 contenidos en la misma, v.g., reciclando la parte condensada en la zona de destilación.

5. El término "destilación" o "proceso de separación de los componentes" se emplea en esta memoria para definir la destilación o fraccionamiento realizadas pasando vapores calientes o gas generados o introducidos en la cola de unas columnas de etapas múltiples en contacto en sentido ascendente a través de líquido descendente, por lo que la concentración del componente más volátil en el líquido disminuye durante su descenso. La zona de destilación comprende una o más de ese tipo de columnas y los dispositivos tradicionalmente asociados con las mismas.

10.

15.

En los planos adjuntos:

La Figura 1 es un esquema de la elaboración que ilustra los caminos de recorrido del flujo y los componentes principales del equipo para realizar el procedimiento de este invento en una de sus formas de realización en la que la zona de destilación comprende dos columnas de destilación, en las que una corriente intermedia se somete a tratamiento para formar una corriente de vapor enriquecida por medio de un contacto de reflujo circulante;

20.

25.

La Figura 2 es otro esquema de flujo que ilustra una modalidad del invento en la que se usa una sola columna de destilación y se somete a tratamiento una corriente intermedia para formar una corriente de vapor enriquecida por condensación parcial; y

30.

la Figura 3 es otro esquema de flujo que ilustra



5, una modalidad de dos columnas del invento en la que la fracción principal de la parte condensada formada por la condensación parcial una corriente de vapor enriquecida con amoniaco se utiliza con reflujo frío para tratar una corriente intermedia en la segunda columna y formar el vapor enriquecido con NH_3 y se pasa una fracción menor de la parte condensada a la primera columna.

10. A continuación se describirán estas figuras con mayor detalle.

15. La solución acuosa tratada de acuerdo con el invento puede contener más del 15 por ciento en peso de NH_3 y del 30 por ciento en peso de H_2S . Normalmente la solución suele ser considerablemente más diluida, conteniendo solamente un pequeño tanto por ciento de NH_3 y H_2S , pero normalmente alrededor del 1 por ciento en peso o más de cada uno. La proporción original de NH_3 a H_2S en la solución acuosa se determina principalmente por la fuente de la solución. En una importante aplicación del invento la solución se obtiene lavando un efluente de reacción que contiene NH_3 y H_2S en una proporción fijada por las cantidades relativas de compuestos de nitrógeno y azufre hidrogenados en un aceite hidrocarbúrico, cuyas cantidades relativas pueden variar dentro de límites muy amplios y la solución acuosa formada lavando el efluente de la reacción con agua reflejará, hasta un cierto grado, la proporción originalmente presente en el efluente de la reacción. La solución acuosa resultante contiene

20.

25.

30.



preferiblemente de 1 mol por ciento, hasta 5 moles por ciento y mejor aún hasta 2 moles por ciento de NH_3 y de H_2S .

5. El amoníaco y el H_2S reaccionan en solución, v.g., se hallan presentes al menos en parte como sales parcialmente disueltas o totalmente ionizadas. Las posibles especies de la solución acuosa comprenden H_2O , H^+ , OH^- , NH_3 , H_2S , NH_4^+ , HS^- , S^{2-} , NH_4HS , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, y los hidratos de varias de estas especies. Se comprenderá que las referencias hechas en la presente memoria a soluciones acuosas de NH_3 y H_2S se refieren a soluciones en las que muchas, pero no necesariamente todas, las especies citadas se hallan presentes en cantidades significativas
10. puesto que está claro que no puede suceder la situación en que el NH_3 y el H_2S se hallen ambos presentes enteramente como gases disueltos libres en H_2O . Por conveniencia, no obstante, las concentraciones de especies de nitrógeno y azufre en las diversas corrientes tratadas en la instalación se especifican en esta memoria como equivalente total de NH_3 y H_2S .
15. El equilibrio del bisulfuro parece jugar un importante papel en la determinación tanto de la absorción en agua como de la separación posible entre NH_3 y H_2S partiendo de las soluciones acuosas. El NH_3 y H_2S se absorben fácilmente en agua para formar bisulfuro de amonio (NH_4HS), y después se disuelven cantidades adicionales de NH_3 más fácilmente que lo hacen las cantidades adicionales de
20. El equilibrio del bisulfuro parece jugar un importante papel en la determinación tanto de la absorción en agua como de la separación posible entre NH_3 y H_2S partiendo de las soluciones acuosas. El NH_3 y H_2S se absorben fácilmente en agua para formar bisulfuro de amonio (NH_4HS), y después se disuelven cantidades adicionales de NH_3 más fácilmente que lo hacen las cantidades adicionales de
25. El equilibrio del bisulfuro parece jugar un importante papel en la determinación tanto de la absorción en agua como de la separación posible entre NH_3 y H_2S partiendo de las soluciones acuosas. El NH_3 y H_2S se absorben fácilmente en agua para formar bisulfuro de amonio (NH_4HS), y después se disuelven cantidades adicionales de NH_3 más fácilmente que lo hacen las cantidades adicionales de
30. El equilibrio del bisulfuro parece jugar un importante papel en la determinación tanto de la absorción en agua como de la separación posible entre NH_3 y H_2S partiendo de las soluciones acuosas. El NH_3 y H_2S se absorben fácilmente en agua para formar bisulfuro de amonio (NH_4HS), y después se disuelven cantidades adicionales de NH_3 más fácilmente que lo hacen las cantidades adicionales de

- El equilibrio del bisulfuro parece jugar un importante papel en la determinación tanto de la absorción en agua como de la separación posible entre NH_3 y H_2S partiendo de las soluciones acuosas. El NH_3 y H_2S se absorben fácilmente en agua para formar bisulfuro de amonio (NH_4HS), y después se disuelven cantidades adicionales de NH_3 más fácilmente que lo hacen las cantidades adicionales de
25. El equilibrio del bisulfuro parece jugar un importante papel en la determinación tanto de la absorción en agua como de la separación posible entre NH_3 y H_2S partiendo de las soluciones acuosas. El NH_3 y H_2S se absorben fácilmente en agua para formar bisulfuro de amonio (NH_4HS), y después se disuelven cantidades adicionales de NH_3 más fácilmente que lo hacen las cantidades adicionales de
30. El equilibrio del bisulfuro parece jugar un importante papel en la determinación tanto de la absorción en agua como de la separación posible entre NH_3 y H_2S partiendo de las soluciones acuosas. El NH_3 y H_2S se absorben fácilmente en agua para formar bisulfuro de amonio (NH_4HS), y después se disuelven cantidades adicionales de NH_3 más fácilmente que lo hacen las cantidades adicionales de



H₂S. Por consiguiente, la solución acuosa contendrá normalmente o bien cantidades molares casi iguales de NH₃ y H₂S o más NH₃ que H₂S, hasta dos moles de NH₃ por mol de H₂S, correspondiente a (NH₄)₂S o más en algunos casos.

5.

Como el H₂S es una impureza particularmente indeseable en el NH₃, es conveniente producir en el tratamiento del invento un producto de NH₃ de alta pureza esencialmente libre de H₂S, v.g., en el que la concentración de H₂S sea menor a un 0,5 por ciento en peso. Es preferible que el NH₃ no contenga más de unas 1000 ppm de H₂S aproximadamente, y mejor aún menos de aproximadamente 100 ppm de H₂S. Con este invento es posible producir NH₃ sin contenido alguno de H₂S o tan solo con ligeros rastros.

10.

15.

Se puede notar que mientras que en una modalidad de preferencia del invento el NH₃ se recupera con alta pureza como una corriente de vapor seco esencialmente libre de H₂S, la alta pureza referida es con relación a la carencia de H₂S. Así, queda comprendido dentro del invento el recuperar una corriente de producto NH₃ en húmedo, que servirá entonces como amoniaco acuoso, conteniendo por ejemplo aproximadamente un 25 por ciento en peso de NH₃. No obstante, en sus aspectos preferidos se recupera vapor de NH₃ seco como producto con un contenido no superior a un 2 por ciento en peso de agua, aproximadamente, y más preferiblemente no más de un 0,5 por ciento de agua.

20.

25.

30.

De una forma similar, en las modalidades



- de preferencia del invento se recupera H_2S con una gran pureza esencialmente libre de NH_3 . Si el H_2S se ha de usar para producir azufre, el contenido de NH_3 no tendrá una gran importancia pero normalmente se limita a la evitación de la formación de sólidos.
5. A las presiones más bajas, como por ejemplo de unos 7 kgs/cm², se podría permitir que el NH_3 alcanzará un 2% del H_2S . No obstante para la producción de H_2SO_4 y para la mayoría de otros usos, el contenido
10. de NH_3 no debe ser superior a unas 100 ppm y la pureza del H_2S de por lo menos un 95%, siendo el resto agua. De preferencia, el H_2S se recupera en una forma relativamente árida, con un contenido de H_2O no superior al 0,2 por ciento en peso.
15. Habiéndose recuperado el NH_3 y el H_2S , se obtiene también un producto acuoso, que es la corriente de mayor proporción que sale de la instalación, cuya agua contiene solamente cantidades no
20. contaminantes de NH_3 y H_2S . Cuando la finalidad del procedimiento es principalmente la de purificar las aguas residuales para permitir su descarga en raras, arroyos y otros lugares por el estilo, las citadas cantidades "no contaminantes" se refieren a concen-
25. traciones bajas que satisfacen las reglamentaciones locales. El procedimiento puede producir un efluente de agua con un contenido prácticamente insignifi-
30. cante de NH_3 y H_2S . Se puede decir que una composición de este tipo del producto agua, contendría aproximadamente un 0,03 por ciento de H_2S y 0,1 por ciento en peso de NH_3 . Esta corriente de agua podría



hacerse desaparecer directamente mediante dilución en la mayor parte de los lugares.

5. En una modalidad digna de consideración del invento el agua residual del proceso de destilación se recicla para que absorba cantidades adicionales de NH_3 y H_2S procedentes de la corriente en elaboración para ser purificados, en cuyo caso la cantidad máxima permitida de NH_3 y H_2S en el agua residual de destilación puede ser sustancial en
10. ocasiones. En esa situación el término "cantidades no contaminantes" deben interpretarse por el significado de que las concentraciones de NH_3 y H_2S son lo suficientemente bajas para que la absorción deseada pueda realizarse sin que se contamine la corriente que se ha de purificar. O sea, el contenido de
15. NH_3 y H_2S del agua se puede dejar acumular hasta alcanzar concentraciones máximas no contaminantes, por lo que la corriente se purifica hasta el grado deseado empleando solamente una proporción de tratamiento relativamente mayor del agua del residuo de
20. destilación que de la corriente que se ha de purificar. En el caso, normal, al menos un 75% de NH_3 y H_2S en la solución acuosa total a someter a tratamiento se separará y recuperará como corrientes de
25. NH_3 y H_2S de alta pureza, de manera que el producto agua contenga sensiblemente menos NH_3 y H_2S que la solución acuosa inicial. Un objeto del invento es recuperar el NH_3 y H_2S en grandes producciones, cuyo objeto no se ve perjudicado por dejar concentraciones apreciables en la corriente de agua de residuo
30. de destilación que reaparece en la solución de ali-



mentación. La recuperación neta o rendimiento de NH_3 y H_2S es de por lo menos un 90% de cada uno, basada en las cantidades netas absorbidas para formar la solución acuosa.

5. La presión del vapor de H_2S sobre las soluciones acuosas de NH_3 y H_2S es bastante baja a temperaturas bajas si es alta la proporción de amoníaco con respecto al H_2S . En el supuesto que la solución esté relativamente concentrada de NH_3 , los vapores en equilibrio con esa solución serían de NH_3 de gran pureza. Si la solución no se halla concentrada en NH_3 , la presión del vapor de NH_3 será también baja y los vapores en equilibrio con el líquido no serán NH_3 de gran pureza.
- 10.
15. En esencia, por consiguiente, el procedimiento del invento está encaminado directamente hacia la obtención, partiendo de la solución de alimentación, de una solución en la que la concentración de NH_3 sea alta y la proporción de NH_3 con respecto al H_2S sea alta también, para que se puedan recuperar los vapores de NH_3 de gran pureza que se hallan en equilibrio con la misma. En la solución, la proporción de NH_3 con respecto al H_2S debe ser superior a 2:1, basada en el peso, y son preferibles proporciones mucho mayores del orden de 4 y 10.
- 20.
25. Asimismo, la concentración de NH_3 en la solución debe ser por lo menos del 20% en peso, siendo preferibles concentraciones superiores al 30 - 50 por ciento en peso, o aún mayor, para limitar el contenido de H_2O de los vapores en equilibrio con la misma. Si la
- 30.



concentración de NH_3 se halla en los límites superiores, la concentración de H_2S puede aproximarse a un 20% en peso, dependiendo en parte de la concentración en las soluciones originales de alimentación.

5. Con soluciones diluidas de alimentación, la concentración de H_2S en la solución será generalmente menor que un 10 por ciento en peso. En el invento, la solución deseada y los vapores de equilibrio se obtienen condensando parcialmente una corriente de vapor enriquecida de NH_3 , que necesariamente ha de tener una concentración aun mayor de NH_3 y una mayor proporción de NH_3 con respecto al H_2S que el condensado (solución deseada) y cuya corriente de vapor enriquecida debe tener también un contenido controlado de agua. No obstante, esta corriente de vapor enriquecida no se obtiene por destilación de la solución acuosa de alimentación.

10.

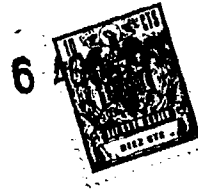
15.

De acuerdo con el invento, en lugar de tratar de limitar el contenido de H_2S en el vapor enriquecido y de condensar a una concentración más baja, se deja que se acumule H_2S hasta una concentración de aproximadamente el 5 al 10 por ciento en peso, o hasta un 20 por ciento en peso en algunos casos, según se ha mencionado. Entonces se puede formar la corriente de vapor enriquecido sometiendo a tratamiento una corriente intermedia que se puede preparar por destilación de la solución acuosa de alimentación. Así, la corriente intermedia se prepara separando incompletamente por destilación el H_2S de la solución acuosa solo hasta el grado necesario

20.

25.

30.



5. para reducir la concentración de H_2S a una concentración menor que la de NH_3 tomando sus pesos como base. Más en particular, la proporción en peso del NH_3 con respecto al H_2S en la corriente intermedia es de 2 por lo menos, especialmente de 3 a 10.

10. En esencia, el tratamiento de la corriente intermedia para formar la corriente de vapor enriquecida comprende el disminuir la concentración de agua a una cantidad controlada. En general, la corriente intermedia se obtiene como un vapor y el tratamiento comprende el condensar parcialmente el vapor intermedio a una temperatura controlada para obtener como parte sin condensar, vapor enriquecido que contiene del 30 al 75 por ciento de agua. Cuanto mayor sea la concentración de NH_3 conseguida en el vapor enriquecido, tanto menor será la concentración de H_2S . No obstante, el H_2O deberá hallarse siempre presente en una mayor concentración que el H_2S , preferiblemente al menos unas 1,5 veces más de H_2O que de H_2S , tomando su peso como base, para que cuando el vapor enriquecido se condense parcialmente el condensado disuelva fácilmente todo el H_2S prácticamente. Así, se puede decir que la concentración de H_2S en el vapor enriquecido rara vez excederá del 20% en peso y será menor del 20% en concentraciones de NH_3 por debajo del 40% y por encima del 50%.

20. En todos los casos, la solución condensada, formada por la condensación parcial de la corriente de vapor enriquecido para obtener como la parte sin condensar NH_3 de gran pureza, contendrá

30.



- una cantidad sustancial de H_2S y normalmente más NH_3 que la cantidad en los vapores recuperados. Por consiguiente, este condensado debe elaborarse adicionalmente para recuperar el H_2S y NH_3 contenido en el mismo o se frustraría el objeto del proceso. Esto se consigue tratando el condensado de igual modo que la carga de alimentación, v.g., reciclándolo en el proceso de elaboración. De este modo las concentraciones de NH_3 y H_2S en la corriente intermedia se acumulan para formar las altas concentraciones que facilitan la formación de la corriente de vapor enriquecida. Asimismo, cuanto mayores sean las concentraciones de H_2S y NH_3 en estas corrientes, tanto menor será la cantidad de condensado que hay que reciclar.
- 5.
- 10.
- 15.

- A continuación se explica el funcionamiento del procedimiento con relación a la Figura 1, que ilustra una forma preferida de realización del invento. En la Figura 1 una solución acuosa que contiene NH_3 y H_2S en la línea 11 se divide en tres partes en las líneas 12, 14 y 15. Una parte de la línea 12 se combina con una corriente reciclada 41, que tiene un contenido más alto de NH_3 y H_2S para formar una alimentación combinada en la línea 13; se calienta previamente en el cambiador de calor 16 y se introduce a la columna de destilación 17 en un punto intermedio. Una parte de la línea 14 se introduce en la columna de destilación 17 en un punto más alto y otra parte de la línea 15 se enfría, preferiblemente por refrigeración en el termopermutador 18 y se
- 20.
- 25.
- 30.



- introduce cerca de la cabeza de la columna de destilación. La temperatura en la cabeza de la columna 17 se mantiene así lo suficientemente baja para que los vapores del producto H_2S esencialmente libres de NH_3 puedan sacarse por la línea 19, de preferencia lo suficientemente baja para que los vapores de la línea 19 contengan menos del 1% de H_2O . Los residuos destilados que contienen NH_3 y H_2S en menor concentración que NH_3 , tomando su peso como base, se sacan de la cola de la columna 17 por la línea 20. Para proporcionar una temperatura elevada en el fondo de la columna y para generar vapores ascendentes, se pasa una parte de los residuos por vía de la línea 21 por termopermutador 22 y se devuelve al fondo de la columna. El residuo líquido destilado de la línea 20 se enfría en el cambiador de calor 16 por traslado de calor y el chorro enfriado, indicado en 23, se pasa a una segunda columna de destilación 24a. El residuo líquido se destila adicionalmente en la columna 24a para obtener una corriente líquida acuosa en la línea 25 que contiene sensiblemente menos NH_3 y H_2S que la solución acuosa original de la línea 11. Una parte del agua se pasa por vía de la línea 26 por el cambiador de calor 27 para proporcionar una temperatura elevada en el fondo de la columna 24a y para generar vapores ascendentes. En la cabeza de la columna 24a se obtiene una corriente intermedia de vapor 28 que contiene más NH_3 que H_2S , basado en sus pesos, en una proporción no marcadamente diferente que en la línea 23. Esta corriente intermedia se
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



5. somete a tratamiento para enriquecerla en contenido de amoniaco en la seccion de destilacion 24b mediante contacto en contracorriente con liquido introducido en la parte superior de la seccion 24b por la linea 30. La linea 30 consiste en una mayor parte del liquido de flujo descendente de la linea 31 que pasa de la seccion 24b a 24a, cuya parte de la linea 30 se enfria pasandola por el cambiador de calor 32. La cantidad de enfriamiento y la proporcion de liquido en circulacion por la linea 30 se regulan para producir una corriente de vapor enriquecido en la linea 29 con una mayor concentracion de NH_3 que la corriente intermedia 28. Más particularmente, el vapor de la linea 29 contiene NH_3 y H_2S en una proporcion que normalmente no difiere mucho de la de las lineas 28 y 23, pero el contenido de agua de la linea 29 se reduce a una concentracion regulada regulando la temperatura en la parte superior de la seccion 24b. El vapor enriquecido de la linea 29 se condensa entonces parcialmente para formar un condensado en la linea 34 que contiene más NH_3 que H_2S , tomando sus pesos como base, y prácticamente todo el H_2S originalmente presente en la corriente 29, por lo que la parte no condensada de la linea 35 comprende vapores de NH_3 sensiblemente libres de H_2S . En la modalidad ilustrada los vapores de NH_3 se purifican aún más elevando la presión por medio del compresor 36 y pasando los vapores a alta presión en la linea 27 al condensador parcial 38, en el que gran parte del agua residual se condensa para formar un condensado

10.

15.

20.

25.

30.



5. en la línea 39 que contiene más NH_3 que H_2S , en peso, y la mayor parte de cualquier H_2S residual de los vapores de la línea 35, produciéndose así vapores de NH_3 de gran pureza en la línea 40. Los condensados 34 y 39 que contienen NH_3 y prácticamente todo el H_2S presente anteriormente en los residuos líquidos destilados de la columna 17 que no han salido por la línea 25, se combinan para formar la corriente de re ciclo 41. Según se describió anteriormente, esta corriente de reciclaje se combina con una carga fresca y se devuelve a la columna de destilación 17.

10. En la modalidad ilustrada en la Figura 1, la sección 25b puede estar montada directamente sobre una simple columna de destilación y formar parte integral con esa columna compuesta de las secciones 15. 24a y 24b. En ese caso, no se sacaría corriente intermedia 28, representando esa corriente los vapores que pasan en sentido ascendente a la bandeja de la sección 24b de la que se separa líquido por la línea 30 para refrigeración y circulación en la parte superior de 20. la columna. En esencia, la sección 24b actúa como con densador parcial en el que las condiciones de funcionamiento se regulan para que se forme vapor sin condensar, enriquecido en concentración de NH_3 , y condensado en la línea 29 que contiene sensiblemente todo 25. el H_2S contenido previamente en el líquido destilado residual de la línea 20 y 23 que no ha salido con la corriente de agua líquida del residuo de destilación 25. El vapor de la línea 29 contiene una cantidad regulada de agua con relación al NH_3 tal que en las 30.



etapas subsiguientes de la condensación parcial en los condensadores 33 y 38 se pueda producir condensado en las líneas 34 y 39 con una gran presión de vapor de NH_3 y una baja presión de vapor de H_2O y H_2S . La condensación parcial para producir el vapor del producto NH_3 puede realizarse en etapas múltiples, según se indica, o en una sola etapa. Por ejemplo, si el vapor enriquecido de la línea 29 se comprimiera delante del condensador 33, se podría omitir la condensación ulterior en 38. La elección deberá hacerse principalmente comparando los costos de compresión contra los costos de condensación por condensador.

Las condiciones de elaboración típicas y preferidas del proceso de elaboración, con relación a la forma de realización de la Figura 1 comprenden el empleo de presiones sobreatmosféricas en las columnas 17 y 24a y 24b, preferiblemente del orden de 1,40 y 10,54 kg/cm^2 y en contadas ocasiones por encima de 28,12 kg/cm^2 . La temperatura en la parte superior de la columna 17 es inferior a unos 37,6°C y preferiblemente de unos 15,5°C. La temperatura en el fondo o cola de la columna 17 queda fijada sustancialmente por la presión que se emplee, pero se encontrará comprendida entre 98,8°C y unos 232°C, preferiblemente entre 135,0°C y 184,4°C. En general, la presión de la columna 24a y la temperatura del fondo de la misma son algo menores que las de la columna 17, pero en el mismo orden de magnitud. Aunque suponen una ventaja las presiones más elevadas en la columna 24a para obtener NH_3 de gran pureza con menos reciclo, la



operación puede realizarse en condiciones en las que se puede emplear baja presión en los termopermutadores o calentadores de la cola de las columnas de destilación. Las condensaciones parciales en los condensadores 33 y 38 se realizan preferiblemente a temperaturas comprendidas entre 15,5°C y 65,5°C para permitir la refrigeración con agua. Las proporciones de NH₃ con respecto a H₂S y las concentraciones de NH₃ en el vapor enriquecido, según se expuso anteriormente, se eligen con relación a la condensación en el citado margen de temperaturas. En algunos casos el uso de la refrigeración en los condensadores puede resultar ventajosa.

Quando la solución acuosa se obtiene lavando o depurando una corriente efluente de la reacción de un hidrocarburo que contiene NH₃ y H₂S, la solución acuosa puede contener algo de aceite disuelto o arrastrado. Para evitar que este aceite aparezca en los productos, se puede eliminar según se ilustra en la Figura 1 separando una corriente de líquido de la primera columna de destilación 17 por la línea 42, enfriándola en un termopermutador 43 y pasándola a un recipiente de sedimentación 44. El aceite se concentrará en éste punto y se puede desnatar y sacar por la línea 46, devolviéndose la solución de agua libre de aceite a la columna de destilación en la línea 45. El lugar mejor para la instalación de los dispositivos de separación del aceite depende de la naturaleza del mismo. Cuando se sitúan en la parte superior de la columna, como en la Figura 1, los



dispositivos sirven para la finalidad adicional de ayudar a regular la temperatura en cabeza.

- En la modalidad ilustrada en la Figura 2, se introduce una solución acuosa que contiene NH_3 y H_2S por la línea 51 a la única columna de destilación 52, que funciona a presión sobreatmosférica.
5. Los vapores de flujo ascendente se generan en la parte inferior de la columna 52 y se obtiene en la línea 56 un vapor de producto H_2S en cabeza esencialmente libre de NH_3 . La temperatura en la parte superior de la columna 52 se mantiene lo suficientemente baja para que el vapor tenga la pureza deseada. Una corriente de agua de lavado se introduce en la parte superior de la columna por la línea 57 para ayudar a separar el NH_3 y efectuar la refrigeración. El líquido se saca del fondo de la columna por la línea 53. Este líquido comprende agua que no contiene más que cantidades no contaminantes de H_2S y NH_3 , una situación que se consigue generando vapores de separación en el fondo de la columna pasando una parte del residuo de destilación por vía de la línea 54 por el calentador 55. Una corriente secundaria de vapor se saca de la columna por la línea 58 en un punto tal en que esta corriente secundaria intermedia contenga más NH_3 que H_2S , en peso. Esta corriente lateral se trata para formar una corriente de vapor enriquecido condensándola parcialmente en el condensador 59 en condiciones reguladas para obtener una corriente de vapor enriquecido en la línea 61 de contenido acuoso controlado y un condensado en la línea 60 que contiene
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



más NH_3 que H_2S . La corriente de vapor enriquecido de la línea 61 se condensa entonces parcialmente en el condensador 62 para formar como parte sin condensar vapor de NH_3 esencialmente libre de H_2S , se saca por la línea 63, y como parte condensada, agua que contiene NH_3 y prácticamente todo el H_2S en la corriente enriquecida 61. La parte condensada obtenida en la línea 64 se mezcla con el condensado de la línea 60 para formar un condensado de recicló en la línea 65, que se devuelve a la columna de destilación para la recuperación del H_2S y NH_3 contenido en la misma. Las corrientes 64 y 60 pueden devolverse a la columna de destilación en puntos distintos, o bien pueden combinarse según se ilustra y devolverse a la columna, preferiblemente por encima del punto de salida de la corriente secundaria intermedia 58.

En la modalidad ilustrada en la Figura 3, una solución acuosa de NH_3 y H_2S se separa de sus componentes mediante destilación de separación del H_2S de la solución en una primera columna de destilación que funciona a presión sobreatmosférica. Se mantiene una temperatura baja en la parte superior o cabeza para obtener vapores de H_2S esencialmente puros en cabeza y se mantiene una temperatura elevada en el fondo para proporcionar un residuo de líquido destilado acuoso que contiene más NH_3 que H_2S , en peso. El agua líquida del residuo de destilación se pasa a una segunda columna de destilación en un punto próximo a su parte superior. La segunda columna funciona también a presión sobreatmosférica con ele



5. vada temperatura en el fondo proporcionado como residuo agua esencialmente libre de NH_3 y H_2S . La corriente de vapor enriquecido de amoniaco se forma en la segunda columna condensando parcialmente los vapores de cabeza a una temperatura sensiblemente inferior que la temperatura del vapor en cabeza y devolviendo la mayor parte del condensado resultante como reflujó a la parte superior de la columna. De este modo, los vapores intermedios ascendentes por debajo de la parte superior de la columna se enriquecen en NH_3 por condensación del agua, de modo que el vapor en cabeza, cuando se condensa parcialmente, proporciona una parte no condensada que es predominantemente NH_3 . La otra parte menor del condensado resultante se devuelve a la primera columna de destilación.

10. En la modalidad ilustrada, la parte sin condensar se condensa de nuevo parcialmente para separar H_2O y H_2S contenidos en la misma de los vapores de NH_3 esencialmente puro.

20. Tomando ahora la Figura 3 como referencia, a título de ejemplo, se obtiene una solución acuosa que contiene un 4,4 por ciento en peso de H_2S y un 3,1 por ciento en peso de NH_3 depurando una corriente efluente de un proceso de hidroconversión, que

25. comprende hidrocarburos, hidrógeno, amoniaco, y sulfuro de hidrógeno, con agua. La solución se pasa por vía de la línea 75 al tambor de desgasificación y separación de aceite 76. Los gases disueltos que se desprenden se sacan por la línea 77 y el aceite que se separa se saca por la línea 78. La solución acuosa

30.



se saca por la línea 79 y la mayor parte de la misma se combina con una solución concentrada reciclada en la línea 81 para formar una carga de alimentación combinada en la línea 82, que se precalienta en los cambiadores de calor 83 y 84 y entonces se introducen en la columna de separación de H_2S 85, a unos $126^{\circ}C$. La solución concentrada de la línea 81 tiene aproximadamente un 50 por ciento de NH_3 y un 16,5 por ciento de H_2S , resto H_2O , y cantidades de aproximadamente un 8% del material de la línea 82. Según se representa, una pequeña parte, aproximadamente $1/4$, de la solución acuosa de la línea 79 se pasa por la línea 80 y se introduce en la columna 85 en una zona superior a temperatura más baja. La columna 85 funciona a una presión de unos $8,43 \text{ kg/cm}^2$ con una temperatura del residuo de fondo de unos $160^{\circ}C$, mantenida en una ebullición sustancial pasando una parte del residuo por la línea 86 a través del calentador 87. El residuo de destilación de la columna 85 que se saca por la línea 88 contiene aproximadamente un 1 por ciento en peso de H_2S y un 6 por ciento en peso de NH_3 . De la parte superior de la columna 85 se sacan vapores en cabeza consistentes esencialmente en H_2S que contienen solamente un 0,1 por ciento de H_2O y menos de 100 ppm de NH_3 , por la línea 89 a unos $15,5^{\circ}C$. La temperatura más baja se consigue introduciendo en la parte superior por la línea 90 agua fría a unos $7,2^{\circ}C$. El residuo líquido de la destilación de la línea 88 se enfría en el termopermutador 84 y después se introduce en



- la columna separadora de amoníaco 92 a unos 132,3°C. Según se ha indicado, una parte pequeña de esta corriente se puede sacar por la línea 91. Se puede utilizar como solución depuradora para absorber H₂S adicional del efluente de la reacción (no representado) o de otra corriente, volviendo al proceso de elaboración en la línea 75. La columna 92 funciona a una presión de unos 4,21 kgs/cm² con una temperatura de 152,7°C en el fondo, mantenida con una sensible ebullición pasando una parte del residuo por vía de la línea 93 a través del calentador 94. Así, se saca como productos de residuos de destilación por la línea 95 agua que no contiene más del 0,01 por ciento en peso de H₂S y no más del 0,03 por ciento en peso de NH₃. Según se ha indicado, el residuo caliente de la línea 95 se usa para precalentar la solución acuosa original en el cambiador de calor 83 y pasa mediante la bomba 96 por el enfriador 97. Una parte del agua enfriada se hace pasar por la línea 90 y se refrigera adicionalmente en el cambiador de calor 117 para proporcionar la baja temperatura necesaria en la parte superior de la columna 85 y evitar el arrastre de agua y amoníaco. El resto del agua de la línea 95, que comprende esencialmente la cantidad neta de agua que entra en la línea 75, se saca para nuevo uso o para tirarse según se desee.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

Es preferible obtener en la cabeza de la columna 92 un vapor enriquecido de NH₃ que se puede condensar parcialmente para que proporcione NH₃ de gran pureza como parte sin condensar. Esto se consigue

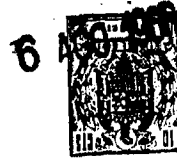
30.



5. refluyendo por la línea 105 una solución concentra-
da de la misma concentración que el material de la
línea 81 (50% NH_3 y 16,5% H_2S). Esta solución se
proporciona a una temperatura de unos 37,6°C y sirve pa-
ra condensar agua de los vapores ascendentes que su-
ben por encima del punto de introducción del vapor
de la línea 88. Así se obtiene en cabeza en la línea
100 a unos 115,5°C un vapor enriquecido que contiene
aproximadamente un 57 por ciento en peso de NH_3 , 14
10. por ciento en peso de H_2S y 29 por ciento en peso de
 H_2O . Cuando se enfría a 37,6°C a 3,51 kgs/cm² pasan-
do por el cambiador de calor 101, se condensa el 85%
del material y se recoge en el depósito colector 102.
El material condensado se saca por la línea 103 y pa-
sa mediante la bomba 104 parcialmente por la línea
15. 81 (aproximadamente 1/3) para regresar por la línea
82 a la columna 85 y parcialmente por la línea 105
(aproximadamente 2/3) para reflujo en la columna 92.
La parte sin condensar es predominantemente NH_3 , que
20. contiene aproximadamente 1,6 por ciento en peso de
 H_2O y aproximadamente 0,8 por ciento en peso de H_2S
y se saca por la línea 106. Para su purificación
adicional, la parte sin condensar se pasa por la lí-
nea 107 al purificador 108. En el purificador 108
25. se mantiene una temperatura baja de unos 7,2°C aña-
diendo al vapor pasado al mismo NH_3 esencialmente pu-
ro a una temperatura de unos -1,1°C en la línea 109.
El NH_3 de la línea 109 se halla principalmente en es-
tado líquido, pero parcialmente vaporizado, habiéndolo
30. se obtenido la temperatura baja por la expansión de



- NH₃ líquido a una presión superior por la válvula 110. En el depurador 108 se mantiene una alta circulación de líquido tomando líquido del fondo por la línea 111 y bombeandolo con la bomba 112 por la línea 113 a la parte superior del depurador. La cantidad neta de material condensado por refrigeración del vapor de la línea 106 a la temperatura más baja del depurador 108 se saca por la línea 114 y se devuelve a una de las columnas de destilación, por ejemplo, a la cabeza de la columna 92, según se ilustra. En las condiciones del ejemplo, esta corriente de la línea 114 está compuesta de un 73% de NH₃, 10% de H₂S, resto agua y cantidades inferiores al 10% del vapor de la línea 106. El efluente de vapor del depurador 108 en la línea 115 es así NH₃ esencialmente puro, conteniendo aproximadamente un 0,24 por ciento en peso de H₂O y menos de 100 ppm de H₂S. Este vapor de amoníaco se combina en la línea 119 con una parte de vapor de amoníaco procedente de la línea 116. La mezcla de la línea 119 se comprime en el compresor 120 a unos 14,06 kgs/cm², se condensa en el termopermutador 121 a unos 37,6°C y el amoníaco líquido condensado se recupera en el depósito colector 122. El amoníaco se saca del depósito colector 122 de una forma continua por la línea 123. Una parte se vaporiza por la válvula 110 a la línea 109, según se ha descrito anteriormente, para que proporcione refrigeración en el depurador 108. Otra parte se vaporiza a presión por la válvula 118 para abastecer de amoníaco refrigerante a la línea 116 que se utiliza en el termopermutador
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



117 para enfriar el agua de la línea 90. El NH_3 neto recuperado se saca por la línea 124. Así, el NH_3 , el H_2S y el H_2O se recobran cada uno por separado de una forma virtualmente cuantitativa y esencialmente libre de otros componentes.

5.

A título de ejemplo adicional, cuando 16,500 barriles por día de aceites pesados de California que contienen compuestos de nitrógeno y de azufre se convierten en combustibles de ebullición más baja mediante una combinación de hidrorrefinado catalítico e hidrofraccionación catalítica, se producen unas 26 toneladas por día de H_2S y unas 12 toneladas por día de NH_3 . El volumen de estos NH_3 y H_2S se producen por hidrogenación de los compuestos del nitrógeno y de azufre en la etapa de hidrorrefinado, a temperaturas del orden de 315,5 a 482,2°C y presiones del orden de 70,31 kg/cm^2 a 210,92 kgs/cm^2 , para preparar una carga o alimentación de aceite purificado para la etapa de hidrofraccionamiento. Es conveniente separar el NH_3 del aceite purificado de una forma cuantitativa porque el NH_3 produce un efecto deletéreo en el catalizador de hidrofraccionamiento. También es conveniente separar el NH_3 y H_2S para aumentar la pureza de hidrógeno de reciclaje en la etapa de hidrorrefinado y en la de hidrofraccionamiento. El NH_3 y la mayor parte del H_2S pueden separarse depurando la mezcla de hidrógeno y aceite hidrorrefinado del reactor de hidrorrefinado con agua, con mayores ventajas a la alta presión empleada en la etapa de hidrorrefinado y a una temperatura más baja. Al

10.

15.

20.

25.

30.



5. menos una parte del agua se inyecta normalmente en el efluente antes de haberse enfriado totalmente para evitar la posibilidad la formación y deposición de sulfuro amónico sólido en los cambiadores de calor y tuberías. El ejemplo siguiente ilustra el uso de este invento en la recuperación por separado del NH_3 y H_2S del agua.

Ejemplo

10. El efluente del reactor de hidrorrefinado que comprende aproximadamente de 85.000 a 113,300 metros cúbicos por hora de hidrógeno y 16.500 barriles por día de aceite hidrogenado se enfría a unos 54,3°C con una presión en el reactor de unos 105,46 a 140,61 kgs/cm^2 y se lavan con 38.505 kilos por hora de agua que contiene 0,034% de H_2S y 0,12% de NH_3 .
15. Así se obtiene una solución acuosa que contiene un 2,3 por ciento en peso de H_2S y un 1,2 por ciento en peso de NH_3 . La solución acuosa se separa del aceite y gas, que contiene entonces solamente rastros de NH_3 y después se pasa a la columna de destilación cuya presión es de 5,97 kgs/cm^2 . Siendo el diseño tradicional, la columna comprende 30 bandejas de criba de 1,219 metros de diámetro. Se mantiene una temperatura en la cola de la columna de 154,3°C y una temperatura de 15,5°C en la cabeza de la misma. Una mayor parte de la solución acuosa se introduce en la columna por debajo de su punto medio precalentada a unos 115,5°C; una menor parte se introduce por encima de dicho punto medio a unos 37,6°C y una parte aún menor, aproximadamente un 2%, se enfría a 7,2°C y se intro-
- 20.
- 25.
- 30.



- duce en cabeza. Se introduce una corriente de reciclo correspondiente al 5,25% de la carga en la columna con la parte de la carga precalentada a 115,5°C. Esta corriente de reciclo se compone de condensado
5. obtenido por condensación parcial de una corriente de vapor enriquecido de NH_3 formada según se describirá, y se compone de un 38% en peso de NH_3 y un 7,4% en peso de H_2S . Con destilación vigorosa de separación en la columna de destilación se obtiene
10. un residuo líquido de destilación como una corriente acuosa que contiene un 3% en peso de NH_3 y un 0,4% en peso de H_2S , siendo el resto agua. Por la cabeza de la columna se sacan 906 kgs por hora de producto H_2S en vapor que contiene solamente un 0,15% en peso, aproximadamente, de H_2O y menos de 100 partes por millón de NH_3 .

- El residuo líquido destilado de la primera columna obtenido a 154,3°C se enfría a 115,5°C y se pasa a una segunda columna de destilación que funciona a unos 2,10 kgs/cm². Esta columna tiene 25 bandejas de 1,21 metros de diámetro. La temperatura en el fondo o cola de la segunda columna es de 134,4°C y se obtiene con ebullición vigorosa un producto acuoso de la cola de la columna que contiene un 0,12 por ciento en peso de NH_3 y un 0,034 por ciento de H_2S .
- 20.
25. Este agua se recicla y utiliza como corriente de agua para lavar el efluente de la reacción y formar así la solución acuosa que forma la alimentación de la primera columna de destilación.

30. En un punto de la segunda columna situado



por encima del plato de alimentación se obtiene una corriente intermedia de vapor que contiene un 40 por ciento en peso de NH_3 , un 5 por ciento en peso de H_2S y el resto de agua. De la bandeja situada

5. por encima de este vapor intermedio se saca líquido a una velocidad de 1.343,78 litros por minuto a una temperatura de $115,5^\circ\text{C}$. Esta corriente de líquido se enfría a $65,5^\circ\text{C}$ y se devuelve a la cabeza de la segunda columna de destilación, de tres a cinco platos

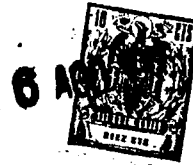
10. por encima del punto donde se saca. A medida que este líquido fluye contra la corriente de la corriente intermedia ascendente, se consigue un enriquecimiento en NH_3 y H_2S con relación al H_2O en el vapor ascendente, por lo que se obtiene en cabeza de la segunda

15. columna de destilación una corriente de vapor enriquecido, que contiene un 49 por ciento en peso de NH_3 y un 6 por ciento en peso de H_2S a una temperatura de $107,2^\circ\text{C}$ y una presión de $1,75 \text{ kgs/cm}^2$. Esta corriente de vapor enriquecido se enfría a unos $37,6^\circ\text{C}$

20. a $1,40 \text{ kgs/cm}^2$ para efectuar la condensación parcial de la misma, por lo que se obtiene un condensado que contiene un 38 por ciento en peso de NH_3 y un 7,4 por ciento en peso de H_2S , en H_2O , y una parte no condensada que contiene un 96,8 por ciento en peso de NH_3 ,

25. 2,9 por ciento en peso de H_2O y un 0,3 por ciento en peso de H_2S . Esta corriente de vapor de NH_3 se comprime entonces a $5,27 \text{ kgs/cm}^2$ y se enfría de nuevo a $37,6^\circ\text{C}$ para efectuar la condensación parcial, por lo que se obtiene una pequeña cantidad de condensado , que contiene un 52 por ciento en peso de NH_3

30.



- y un 4,3 por ciento de H_2S . Los condensados se combinan y devuelven a la primera columna en forma de la mencionada corriente de reciclo. Los 443,94 kgs por hora de vapor sin condensar obtenidos de esta condensación parcial consisten esencialmente en NH_3 , con una composición específica del 99 por ciento de NH_3 , aproximadamente un 1 por ciento de H_2O y menos del 0,1 por ciento en peso de H_2S . Aunque este producto de vapor de NH_3 es aceptable para casi todos los usos, se purifica de una forma adicional lavándolo con 113,55 litros por día de 25°Be cáustico para quitar la pequeña cantidad de H_2S en forma de sulfuro de sodio y también para conseguir la desecación parcial en el NH_3 , por lo que se obtienen 351,67 kgs por hora de un producto NH_3 que contiene un 99,5% de NH_3 y nada más que rastros de azufre.
- 5.
- 10.
- 15.

- De esta forma, el NH_3 y el H_2S se recuperan por separado de una forma cuantitativa con una pureza del 99% o aún mayor. La recuperación cuantitativa es posible gracias a que el residuo de destilación de la segunda columna, que contiene cantidades no contaminantes de NH_3 y H_2S , se recicla para absorber NH_3 y H_2S adicionales y después se devuelve para su tratamiento. No hay agua de la que haya que desahacerse. Si esta corriente del residuo de destilación se tirara como agua residual no contaminante, la recuperación de NH_3 y H_2S sería, respectivamente, del 90% y 99% bajo las condiciones que han regido el ejemplo expuesto. Se podría obtener aún una recuperación más completa de NH_3 , porque el producto acuoso que
- 20.
- 25.
- 30.



sale de la instalación podría purificarse de una forma más completa empleando una destilación de separación más vigorosa en la segunda columna.

5. Si existe una adición neta en la instalación, como puede ocurrir si se inyecta agua para refrigerar la cabeza de la primera columna y ayudar a mantener el NH_3 separado del producto de vapor de H_2S , o si se inyecta una corriente viva en una de las columnas o en ambas para la separación por destilación,
10. esta agua deberá sacarse en una de las corrientes por lo menos, preferiblemente drenando una pequeña parte de la corriente del residuo de destilación de la segunda columna.

15. Pueden existir situaciones especiales en las que la composición de la solución acuosa inicial para tratamiento fuera tal que se pudiera obtener una corriente de vapor enriquecido con una proporción suficiente entre NH_3 y H_2S y una concentración suficientemente alta de NH_3 directamente por simple destilación,
20. por lo que se podrían recuperar por condensación parcial los vapores de NH_3 con la pureza deseada. Se cree que aún en esas raras situaciones, si existieran, el procedimiento del presente invento resultaría mucho más conveniente, práctico y eficaz para recuperar NH_3
25. con una gran pureza.

30. Los esquemas de elaboración adjuntos de las Figuras 1, 2 y 3 difieren entre sí en varios aspectos. Ciertas características de cada uno pueden ser incorporadas en los otros y/o sustituirse por otras características o dispositivos de una forma que se



5. hace evidente por la descripción de los principios de este invento. De una forma similar, los entendidos en la materia verán que se pueden emplear otros dispositivos equivalentes para realizar las operaciones de este procedimiento. Por consiguiente, se pretende comprender dentro del alcance del invento, según las reivindicaciones siguientes, todos esos dispositivos equivalentes y modalidades del invento.

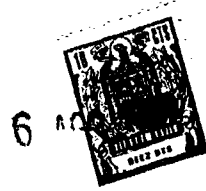
N O T A

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA FRACCIONAR SOLUCIONES ACUOSAS DE SULFUROS AMONÍCOS"; caracterizándose por lo siguiente:

20. 1ª.- Procedimiento para fraccionar soluciones acuosas de sulfuros amónicos, obtenidas por disolución, en una corriente de agua, de los productos resultantes en la hidrorrefinación de fracciones de petróleo y aceites hidrocarbonados similares que contienen compuestos orgánicos de azufre y nitrógeno,

25. caracterizado porque comprende destilar por separado amoníaco y sulfuro de hidrógeno de la solución a presión sobreatmosférica comprendida aproximadamente entre 1,40 y 28,12 Kg/cm² en una zona de destilación que

30. comprende dos columnas de destilación que, calentadas



- cerca de su fondo, generan vapores ascendentes, y refrigeradas cerca de su cabeza proporcionan un líquido descendente; retirar sulfuro de hidrógeno, esencialmente libre de amoniaco, como vapor de cabeza de la primera columna; pasar las colas líquidas de la primera columna a la segunda columna; retirar agua que, contiene sensiblemente menos amoniaco y sulfuro de hidrógeno que la solución inicial, como colas de la segunda columna; condensar parcialmente los vapores de cabeza de la segunda columna retirando los vapores no condensados, compuestos fundamentalmente por amoniaco esencialmente libre de sulfuro de hidrógeno; devolver, finalmente, parte del líquido condensado a la segunda columna, y parte a la primera columna.

15. 2ª.- "Procedimiento para fraccionar soluciones acuosas de sulfuros amónicos", tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

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

Madrid, 16 ACC 1936.

CHEVRON RESEARCH COMPANY,

J. GOMEZ AC BO Y MODA
p. Firmado: F. Hernández Ruiz

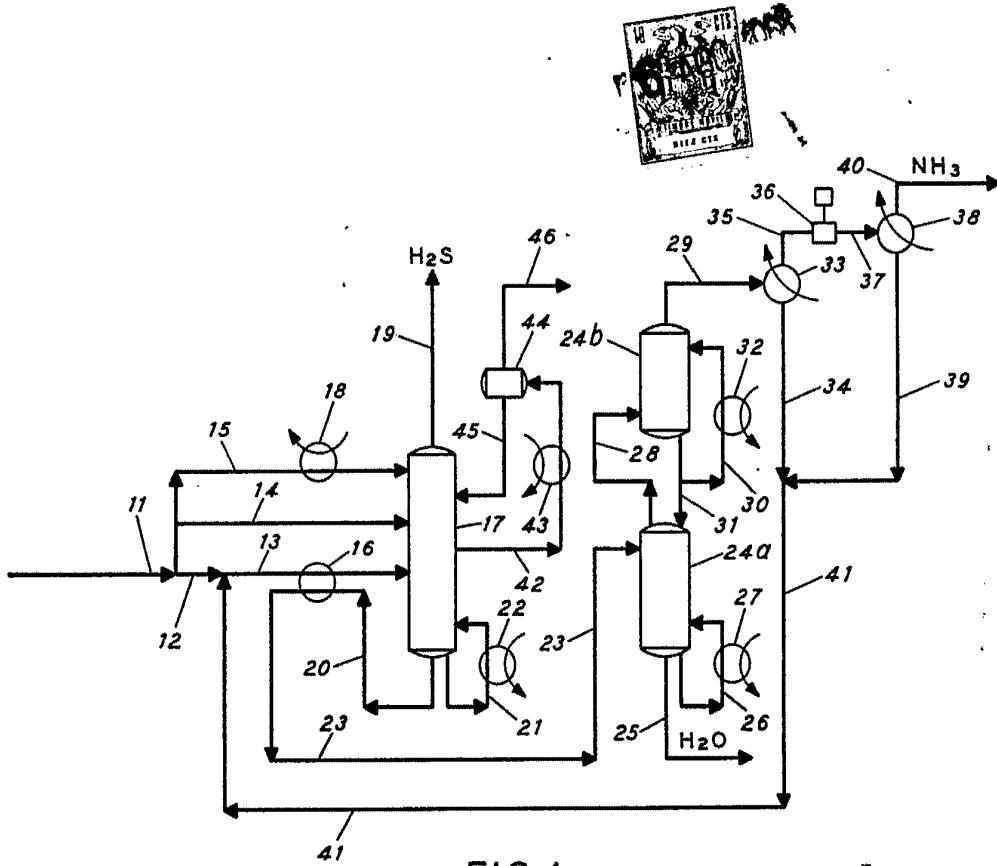


FIG. 1

ESCALA VARIABLE

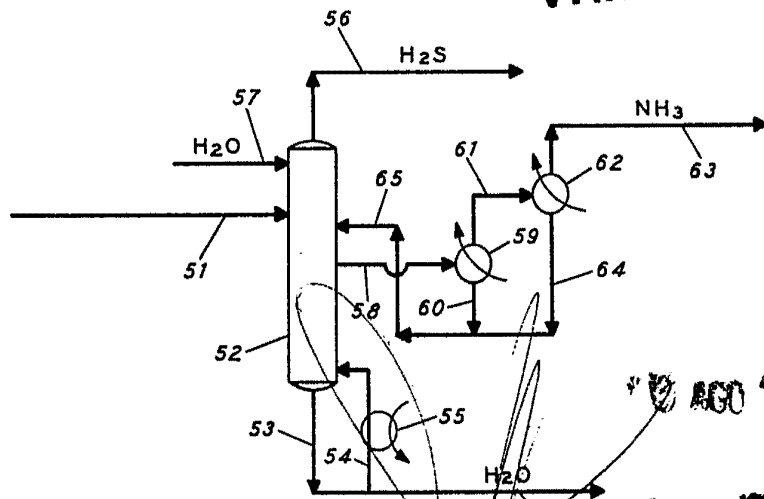


FIG. 2

6 AGO 1988

6 AGO. 1988

Madrid

J. GOMEZ ACEBO Y MOJER
por F. Hernández Rull

ESCALA VARIABLE

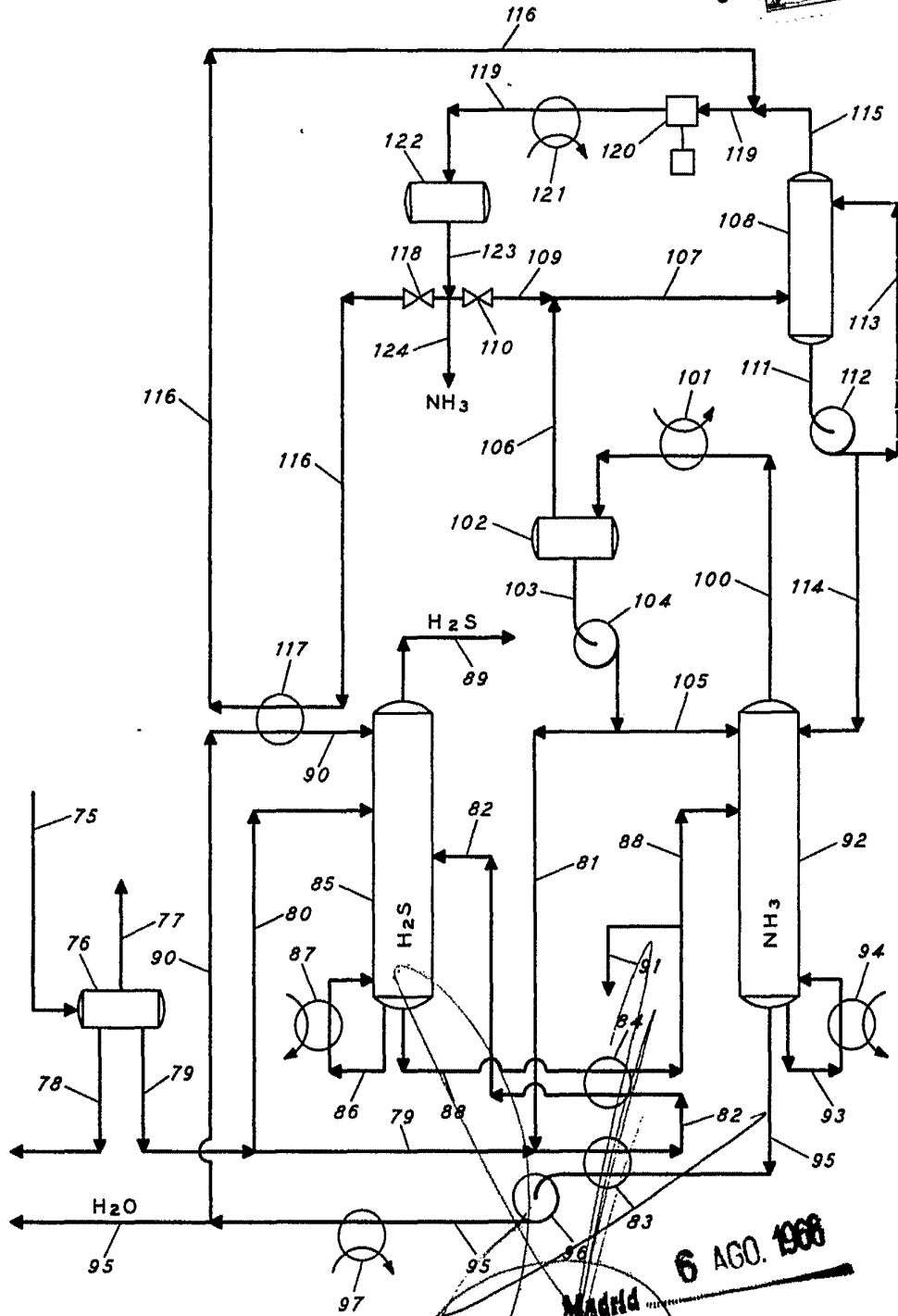


FIG. 3

Madrid 6 AGO. 1968
J. GOMEZ ACEBO Y MODAT
p. p. Plomados E. Hernández Rull