

28 FEB 1973

412425
Int. Cl. C02C/C05C

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "UN PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES DE PLANTAS DE FABRICACION DE FERTILIZANTES", a favor de CHEMICAL SEPARATIONS CORPORATION, de nacionalidad norteamericana, domiciliada en OAK RIDGE, Tennessee (EE. UU.), 795 Oak Ridge Turnpike.

=====

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente Patente de Invencion se refiere a un método para el tratamiento de aguas residuales de plantas de fabricación de fertilizantes que contienen componentes de amoníaco y nitratos, para recuperar los mismos como producto fertilizante y acondicionar simultáneamente el agua residual de modo que pueda ser empleada nuevamente en el ciclo de trabajo.

La presente Patente de Invencion se refiere de modo específico a un proceso para la producción de un producto fertilizante a base de nitrato amónico a partir de los residuos de las fábricas de fertilizantes, que hasta la actualidad han sido eliminados en lagos, corrientes de agua, ríos, y similares, dado que no se había encontra

412423 8 FEB 1951



do un método apropiado y relativamente económico para el tratamiento de dichos desperdicios. Desde el punto de vista ecológico, la introducción de estos compuestos nitrogenados en las aguas en las cuales se descargan es completamente inaceptable, debido a sus efectos tóxicos sobre las personas y sobre la fauna natural. Si bien se han hecho intentos anteriormente para resolver este problema con técnicas tales como nitrificación microbiana y desnitrificación y extracción o eliminación del amoníaco (mediante aire a niveles altos de pH) tales métodos no han sido completamente satisfactorios. Sin embargo, la presente Patente de Invención proporciona un método eficaz para recuperar un producto comercialmente aceptable a partir de dichas aguas residuales y producir un flujo de agua desmineralizada que se puede introducir nuevamente en el ciclo operativo del sistema, no solamente reduciendo de este modo o eliminando la descarga de contaminantes en las corrientes de agua que usualmente los reciben, sino reduciendo de forma sustancial el volumen de descarga en si misma.

Descripción general del aparato y método correspondiente.

El aparato mostrado esquemáticamente en los dibujos comprende un sistema formado por un bucle -10- de columnas de intercambio catiónico en combinación con otro sistema de bucle de columna -13- para el intercambio aniónico para recuperar los componentes fertilizantes valiosos procedentes de las aguas residuales de las fábricas de fertilizantes, produciendo simultáneamente a partir de la misma agua residual, agua apropiada para su nueva in-

- 3 - 412425



roducción en el ciclo del sistema, proporcionando así un funcionamiento ideal tanto desde el punto de vista económico como ecológico.

- El sistema de bucle de columnas -10- para el
5. intercambio catiónico continuo tiene dos secciones de intercambio de iones en funcionamiento, es decir una parte de carga -12- y otra parte de extracción o eliminación -14-. La dirección del flujo líquido es la indicada por las flechas llenas -a- y la dirección del flujo de resina es el indicado por las flechas de trazos -b-. La parte
10. de carga -12- queda dispuesta adyacente a la parte superior de uno de los brazos del bucle de columnas y las aguas residuales de la planta de fertilizante entran a través del conducto -16- adyacente a la parte superior
15. de la zona de carga -12-. Esta zona de carga contiene una resina de intercambio de cationes de tipo ácido fuerte en forma de ácido o sal del mismo y al pasar hacia abajo las aguas residuales procedentes de la planta de fertilizante, los iones hidrógeno de la resina de intercambio de
20. iones se intercambian en solución y los iones amonio y metálicos tales como calcio y magnesio se absorben en la resina. De este modo se consigue agua suavizada que sale de la parte inferior de la parte de carga -12-, a través del conducto -18- y se suministra al sistema de bucle
25. -13- de columnas de intercambio aniónico tal como se describirá con mayor detalle a continuación, para continuar el proceso.

Por lo tanto la resina rica en iones metálicos y amonio que actualmente se encuentran en la zona de carga

30. -12- es llevada hacia arriba a lo largo de la parte



superior -20- del bucle y se hace pasar hacia abajo hacia la zona de eliminación -14-. En la zona de eliminación -14- se hace pasar una solución regeneradora de ácido nítrico hacia arriba a través de un lecho de resina cargada y los iones amoníaco y metálicos cargados en el mismo son intercambiados en solución con absorción de iones hidrógeno a partir de la solución regeneradora. De este modo se elimina un flujo que contiene nitrato amónico de la zona de eliminación -14- a través del conducto -22- y se suministra a la estación -23- de recuperación de nitrato amónico.

La corriente acuosa que sale de la parte de carga -12- del sistema -10- del bucle de columnas para el intercambio catiónico a través del conducto -18- se caracteriza porque tiene unos valores de dureza y de amoníaco sustancialmente reducidos. Este flujo es suministrado directa o indirectamente a través de unos depósitos de almacenamiento no mostrados, al sistema -13- de bucle de columnas para el intercambio aniónico continuo que tiene dos zonas de intercambio aniónico en funcionamiento, es decir una zona de carga -12'- y una zona de eliminación -14'-. Nuevamente en este caso, la dirección del flujo líquido se indica por las flechas de línea continua-a- y la dirección del flujo de resina se indica por las flechas de línea discontinua -b-. Al igual que en el sistema -10- de bucle de columnas para el intercambio catiónico, el flujo acuoso en dichas partes del sistema de intercambio aniónico en bucle de columnas, fluye de forma general en contracorriente con respecto al desplazamiento de la resina.

412425

28 FEB 1964



El flujo de agua suavizada y con un valor reducido de amoníaco que procede del bucle -10- de intercambio catiónico se introduce en la zona de carga -12'- a través del conducto -16'-. La zona de carga -12'- contiene una resina de intercambio aniónico básica débil y al pasar el flujo de agua suavizada a través de la misma, los iones hidróxilo se intercambian en solución y los aniones nitrato del flujo de agua suavizada se absorben en la resina. De este modo se retira de la parte de carga -12'- a través del conducto -18'- un flujo acuoso sustancialmente libre de contaminantes en forma de anión nitrato y cationes, es decir un flujo de agua desmineralizada, el cual se puede devolver de modo ventajoso al ciclo operativo del conjunto de operación como medio de lavado tanto para la resina catiónica regenerada como aniónica a través de los conductos -38- y -38'-.

La resina rica en aniones nitrato contaminantes que se encuentra ahora en la zona de carga -12'- es desplazada hacia la zona de eliminación -14'-. En la zona de eliminación -14'-, se hace pasar un agente regenerante, una solución amónica acuosa, hacia arriba a través de la resina y los aniones nitrato se intercambian en solución con absorción de iones hidróxilo. De este modo se elimina un flujo que contiene nitrato amónico de la zona de eliminación -14- a través del conducto -22'-, suministrándose a la estación -23- de recuperación de nitrato amónico.

Además de la recuperación de componentes valiosos de nitrato amónico fertilizante de las aguas residuales de la fábrica de fertilizantes, lo cual es especial-

412423

28 FEB 1973



mente ventajoso de la presente invención desde el punto de vista ecológico, se tiene otra ventaja de la presente Patente en la producción de un flujo de agua desmineralizada en el sistema -13- de intercambio aniónico en bucle de columnas, para volver a introducir en el ciclo del sistema general como medio de lavado tanto para la resina de intercambio regenerada catiónica como aniónica.

- 5.
- Si bien el presente sistema queda mostrado en los dibujos adjuntos según una realización en la que el movimiento de la resina es generalmente en sentido contrario a las agujas del reloj y el movimiento de líquido es generalmente en sentido de las agujas del reloj, la dirección de cada uno de ellos podría ser evidentemente inversa si ello se deseara, en caso de que sea ventajoso utilizar una parte del flujo acuoso desmineralizado producido en el sistema -13- de bucle de columnas de intercambio aniónico para efecto pulsante, es decir desplazar la resina y proporcionar un lavado de inversión tanto para la resina de intercambio catiónico como aniónico en sus respectivas columnas.
- 10.
- 15.
- 20.

Descripción del aparato y método de la unidad de intercambio catiónico para reducir sustancialmente la dureza de la corriente de aguas residuales de una planta de fertilizantes y para recuperar los componentes de nitrato amónico de la misma.

- 25.
- Tal como se muestra en el dibujo, una corriente de agua residual procedente de la planta de fertilizante entra la columna de intercambio catiónico -10- a partir de una fuente u origen tal como el depósito -8-, a través del conducto -16- controlado por la válvula -24- y un distribuidor -26-. El distribuidor -26- está
- 30.

412425

28 FEB.



situado en el extremo superior de la parte -12- de carga, la cual a su vez está situada adyacente a la parte alta o superior del bucle de columnas de intercambio catiónico -10-. El flujo de agua residual procedente de la

5. planta de fertilizantes discurre hacia abajo a través del lecho de resinas de intercambio catiónico contenidas en la parte de carga -12- y en el cual queda absorbido el amoníaco y los componentes metálicos productores de dureza de la misma. El agua suavizada pasa hacia afuera

10. de esta sección a través de un colector -28- y una tubería -18- dotada de una válvula -30-.

El bucle -10- de columnas de intercambio catiónico continuo comprende una parte de carga -12- que está dispuesta para permitir el flujo hacia arriba de la resina catiónica y una parte de eliminación -14- dispuesta

15. para el flujo hacia abajo de una resina catiónica. La parte -32- inferior del bucle se extiende desde el extremo de descarga de la resina catiónica sometida a eliminación de la parte de eliminación -14- hacia la zona -34-

20. de lavado de la resina catiónica, la cual a su vez comunica con la entrada de resina catiónica de la parte de carga -12-. La parte -34- de lavado de resina catiónica está dotada de una válvula -36- para las resinas, que controla el suministro de resina catiónica lavada y sometida a eliminación hacia la parte de carga -12-. Inmediatamente subyacente a la válvula -36- para las resinas en

25. la zona -34- de lavado de resinas catiónicas se encuentra la entrada de agua de lavado -38- que conduce desde la salida de agua desmineralizada -18'- situada en las

30. proximidades de la parte baja de la zona de carga -12'-

412425

28 FEB. 1975



del bucle de columnas de intercambio aniónico -13-. La zona -34- de lavado de resinas catiónicas está dotada también en un punto alejado de la entrada -38- de agua de lavado con un dispositivo de comprobación -40- de conductividad el cual es sensible a los cambios en la conductividad de la solución en el bucle -10- de intercambio catiónico en el punto en que se encuentra situado. El dispositivo de comprobación de conductividad -40- se puede disponer con un servomecanismo apropiado tal como una válvula electromagnética (no mostrada), para accionar la válvula -39- de la tubería -38- de lavado de la resina en el caso de que la superficie límite entre el agente regenerador y el agua, que forma un límite definido, se elevara por encima del dispositivo de conductividad -40-.

El extremo superior de la zona de carga -12-, es decir el extremo de salida de resinas catiónicas cargadas, está conectado a un extremo del bucle superior -20- a través de una válvula de resinas -46-. El otro extremo del bucle superior -20- está conectado a un depósito -48- que está dotado en un extremo del mismo de sobreseidor -50- para aguas de retroceso y pulsantes así como resinas catiónicas finas, cuyo sobreseidor puede conducir a una unidad de eliminación o a un sistema de recuperación de resinas finas catiónicas (no mostrado).

El otro extremo del depósito -48- está conectado a la zona superior de la zona pulsante -52- a través de una válvula de resinas -54-. La zona inferior de la parte pulsante -52- está conectada a la entrada de resinas catiónicas cargadas de la zona de eliminación -14-.

412425-28 FEB 1958



- a través de una válvula de resinas -56-. En una zona intermedia entre las partes superior e inferior de la zona pulsante -52- y preferentemente en las proximidades de la zona superior -52-, se encuentra un conducto -58- de
5. agua pulsante controlado por una válvula de dos pasos -60- que controla también el suministro de agua de retroceso a la zona pulsante -52- a través del conducto -62-. Puesto que el sistema actual está dispuesto para suministrar inicialmente un nuevo suministro de amoníaco y resina
10. catiónica cargada con iones metálicos productores de dureza hacia la parte superior de la zona de regeneración o eliminación -14-, en oposición a la entrada pulsante de resina catiónica regenerada nueva hacia la parte de carga, el agua de retroceso y el agua pulsante no necesi
15. tan ser de alta calidad, tal como agua desmineralizada producida en la columna de intercambio aniónico -13-, de modo que incluso el flujo de aguas residuales de la planta de fertilizante procedente del tanque -8- se puede utilizar para esta finalidad si se desea, consiguiendo
20. así incluso mayores economías en el sistema general.

Adyacente al extremo superior de la zona de eliminación -14-, es decir el extremo de entrada de resinas catiónicas cargadas se encuentra una tubería de eliminación de agua -63- controlada por la válvula -65- para

25. eliminación del agua en un punto situado entre la válvula de resina -56- y la zona de eliminación -14-.

El agua extraída se puede suministrar a dicha unidad de eliminación o sistema de recuperación de resinas finas catiónicas o alternativamente se puede utilizar

30. zar como agua de añadidura para la producción de agente

412425 28 FEB 1970
CINCO ESTE

- regenerante acuoso de ácido nítrico. La zona de eliminación -14-, también en las proximidades de su extremo superior, está dotada de un conducto -22- controlado por la válvula -64- que permite la eliminación de la solución de nitrato amónico-nitrato del metal productor de dureza del bucle de columnas -10-. Un conducto de entrada de agente regenerante -44- está situado alejado del conducto -22- en la zona de eliminación -14- y preferentemente de forma inmediata encima de la salida de resinas catiónicas sometidas a eliminación o extracción controlada por la válvula -42-, a través de la cual el agente regenerante fluye hacia arriba a través de la resina catiónica cargada confinada en la sección de eliminación -14-.
- 5.
- 10.
15. En el funcionamiento de la columna -10- de intercambio catiónico durante el ciclo de carga y de eliminación, cuando el agente acuoso regenerador de ácido nítrico fluye hacia arriba a través de la zona de eliminación -14- y una parte separada de la resina de intercambio catiónico está siendo cargada con iones amonio y metálicos productores de dureza tales como calcio y magnesio o incluso iones de hierro, a partir del flujo de agua residual procedente de la planta de fertilizantes en la parte de carga -12-, las válvulas de resina -36-, -46- y
- 20.
25. -56- están cerradas y la válvula de resina -54- está abierta. Las válvulas -42- y -64- de las tuberías -44- y -56- respectivamente, están abiertas, permitiendo que el agente regenerador fluya hacia arriba a través del lecho cargado de iones amonio y metálicos productores de dureza en la zona de eliminación -14- y la eliminación de so
- 30.

12425

28 FEB



lución nitrato amónico-nitrato de metal productor de dureza de la columna de intercambio catiónico -10-. La válvula -24- en la tubería -16- está abierta para permitir la introducción del flujo de agua residual procedente de la planta de fertilizantes en la parte -12- de carga para permitir el flujo hacia abajo a través de resina nueva, mientras que la válvula -30- está abierta para la eliminación de agua suavizada a partir de la columna -10-, para su suministro al sistema -13- de bucle de columnas de intercambio aniónico. Las válvulas -65- (tubería -63-) -39- (tubería -38-) y -60- (tuberías -58- y -62-) se pueden abrir o cerrar dependiendo de la señal de conductividad.

Después de un tiempo predeterminado de paso de agente regenerador de resina catiónica a través de la zona -14- de eliminación, el bucle de columna -10- de intercambio catiónico funciona de modo que desplaza y substituye el lecho de resina de intercambio catiónico contenido en su interior, introduciendo una parte nueva de resina cargada de iones amonio y de metal generador de dureza. Las válvulas -36-, -46- y -56- se abren automáticamente y la válvula -54- está cerrada. Se aplica un impulso hidráulico en la cámara pulsante -52- introduciendo agua pulsante en la misma a través de la tubería -58- con la válvula -60- en posición abierta. El agua pulsante fluidifica la resina catiónica que se desplaza en el bucle. De este modo se introduce resina catiónica nueva en el fondo de la parte de carga -12- a través de la válvula abierta -36-, mientras que al mismo tiempo un volumen sustancialmente idéntico de resina catiónica es reti

28 FEB 1975



412425

rado de la parte alta de la zona de carga -12- y entra el depósito de reserva de resina catiónica -48-. De forma sustancialmente simultánea, se elimina resina catiónica en la parte pulsante -52- a través de la válvula abierta 5. -56- y entra en la parte alta de la sección -14- de regeneración de resina catiónica. Asimismo de forma esencialmente simultánea, se elimina resina catiónica sometida a eliminación adyacente a la parte inferior de la sección -14- de regeneración de resina catiónica entrando en la 10. sección -34- de lavado de resina catiónica. La resina catiónica regenerada y lavada desplazada de la zona de lavado -34- es la resina catiónica que se desplaza hacia el fondo de la zona de carga -12- a través de la válvula abierta -36-.

15. Al final del ciclo pulsante, la válvula -54- es abierta y deposita una cantidad de resina catiónica cargada de ion amonio e ion metálico productor de dureza en la sección pulsante -52- y las válvulas -24-, -30-, -42-, -64- y -38- son abiertas nuevamente para repetir 20. el ciclo carga-regeneración.

Tal como se ha indicado anteriormente, la válvula -38- es controlada por el dispositivo de comprobación de conductividad o monitor -40- para proporcionar una superficie de nivel agua-agente regenerador, asegurando así que solamente es impulsada resina catiónica 25. fresca, regenerada, sustancialmente libre de agente regenerador hacia la parte baja de la zona de carga -12- durante el siguiente ciclo pulsante.

30. Descripción del aparato y método de la unidad de intercambio aniónico para eliminación sustancial de los aniones-nitrato del flujo de agua residual de la planta fertilizante y para recuperación de los componentes valiosos de nitrato amónico.

112425

28 FEB 1955



Tal como se aprecia en el dibujo, el flujo líquido suavizado que contiene aniones nitrato que sale de la tubería -18- del bucle de columnas de intercambio catiónico -10-, es conducido al bucle de intercambio aniónico -13-. Si bien la ilustración esquemática muestra este flujo como pasando directamente al intercambiador aniónico, es evidente que puede ser también obligado a pasar indirectamente con intervención de un depósito de almacenamiento. El flujo líquido en el que se ha eliminado la dureza y que contiene aniones nitrato, entra en el bucle -13- de intercambio aniónico a través del conducto -16'- controlado por la válvula -24'- y un distribuidor -26'- que está situado en la parte superior de la sección de carga -12'- que a su vez está situado adyacente a la parte superior del bucle de intercambio aniónico -13-. El flujo suavizado que contiene aniones nitrato fluye hacia abajo a través del lecho de resinas de intercambio aniónico contenidas en la parte de carga -12'-, en el cual se absorben los componentes nitrato del mismo. El agua desmineralizada, esencialmente libre de nitratos sale de esta sección a través de un colector -28'- y una tubería -18'- dispuesta con una válvula -30'-.

El bucle -13 - de columnas de intercambio aniónico continuo comprende la parte de carga -12'- que al igual que su parte correspondiente de la columna de intercambio catiónico -10- está dispuesta para permitir flujo hacia arriba de resina aniónica en su interior y la zona de eliminación -14'- está dispuesta para el flujo hacia abajo de resina aniónica en su interior. La parte inferior -32'- del bucle se extiende desde la salida de

41242-28 FEB 1973



- resina aniónica sometida a eliminación de la sección de eliminación -14'- hacia arriba hacia la zona -34'- de la lavado de la resina aniónica, que a su vez comunica con la entrada de resina aniónica de la zona de carga -12'-.
5. La zona -34'- de lavado de resina aniónica está dotada con una válvula de resina -36'- que controla el suministro de resina aniónica sometida a eliminación y lavada hacia la zona -12'- de carga. Inmediatamente debajo de la válvula la -36'- de resina en la zona -34'- de lavado de resina
10. aniónica, se encuentra la entrada -38'- de agua de lavado de resina, controlada por la válvula -39', que conduce desde la salida -18'- de agua desmineralizada situada en las proximidades de la parte baja de la zona de carga -12'-.
15. La zona -34'-, de lavado de resina aniónica, está dotada también en un punto alejado de la entrada -38'- de agua de lavado de un dispositivo de comprobación de conductividad -40'- que es sensible al cambio de conductividad de la solución en el bucle de columnas -13- de intercambio aniónico en el punto en que está situado aquél.
20. El dispositivo comprobador de conductividad -40'- se puede disponer con un servomecanismo apropiado, tal como una válvula electromagnética (no mostrada) para accionar la válvula -39'- en la tubería -38'- de lavado de la resina, en caso de que la superficie intermedia regenera-
25. dor/agua que forma un límite determinado, se elevara por encima del dispositivo de comprobación de conductividad -40'-.

- El extremo superior de la zona -12'- de carga, es decir, el extremo de salida de resina aniónica carga-
30. da, está conectado a un terminal del extremo -20'- del

412423



bucle superior a través de la válvula de resina -46'-.

El otro terminal del extremo -20'- superior del bucle es tá conectado al depósito -48'- que está dotado en un extremo del mismo, con unos medios de sobreseidor -50'- pa

5. ra aguas de retroceso y pulsante así como resinas aniónicas finas, cuyos medios pueden conducir a una unidad de eliminación o a un sistema de recuperación de resinas aniónicas finas.

- El otro extremo del depósito -48'- está conec-
10. tado a la zona superior de la sección pulsante -52'- a través de una válvula de resina -54'-. La zona inferior de la sección pulsante -52'- está conectada a la entrada de resinas aniónicas cargadas de la sección de eliminación -14'- a través de una válvula -56'- de resina. En
15. una zona intermedia entre la zona inferior y la zona superior de la sección pulsante -52'- y de modo preferente en las proximidades de la parte alta de la sección -52'- se encuentra un conducto -58'- de entrada de agua pulsante controlado por una válvula de dos pasos -60'-, que
20. controla asimismo el suministro de agua de retroceso a la sección pulsante -52'- a través del conducto -62'-.
- Puesto que el presente sistema está preparado para suministrar inicialmente una nueva cantidad de resina aniónica cargada de iones nitrato hacia la parte superior de
25. la sección -14'- de regeneración o eliminación en oposición al suministro pulsante de resina aniónica regenerada nueva hacia la sección o zona de carga, el agua pulsante y el agua de retroceso no necesitan ser de gran calidad, de modo que incluso el flujo de agua residual de
30. la planta de fertilizante del tanque -8- se puede utili-



412420

zar para esta finalidad.

- Adyacente al extremo superior de la zona de eliminación -14'-, es decir la parte de entrada de resinas aniónicas cargadas, se encuentra una tubería de eliminación de agua -63'- controlada por la válvula -65'- para eliminación de agua en un punto situado entre la válvula de resina -56'- y la sección de eliminación -14'-. El agua eliminada se puede suministrar al sistema de recuperación de resinas aniónicas finas o a la unidad de eliminación o de modo alternativo, se puede utilizar como agua de añadidura en la producción de agente regenerador acuoso de amoníaco. La sección de eliminación -14'- también próxima al extremo superior está dotada de un conducto -22'- controlado por la válvula -64'- y permite la eliminación de solución de nitrato amónico suavizada de la columna -13-. Un conducto -44'- de entrada de agente regenerador se encuentra situado alejado con respecto al conducto -22'- en la sección de eliminación -14'- y preferentemente situado inmediatamente encima de la salida de resina aniónica sometida a eliminación, controlada por la válvula -42'- a través de la cual fluye el agente regenerador hacia arriba a través de la resina aniónica cargada contenida en la sección de eliminación -14'-.

- El funcionamiento de la columna de intercambio aniónico -13- es esencialmente el mismo que el del bucle de columnas de intercambio catiónico -10- descrito anteriormente en detalle. Así pues, el flujo y movimiento de la resina en el bucle de columna de intercambio aniónico es efectuado de la misma manera, utilizando la tubería pulsante -58'-, siendo la parte equivalente a la misma en



- el bucle de intercambio catiónico -10- la tubería pulsante -58-. La secuencia de la apertura y cierre de la válvula de resina es asimismo esencialmente la misma, teniendo las válvulas de resina -36'-, -46'-, -45'- y
5. -56'- del bucle de intercambio aniónico -13- como partes equivalentes en la columna de intercambio catiónico -10- las válvulas de resina -36-, -46-, -54- y -56-, respectivamente. La tubería de lavado -38'-, controlada por la válvula -39'- es accionada en el bucle -13- de intercambio
10. aniónico de la misma manera que la tubería de lavado -38- es controlada por la válvula -39- en el bucle de columnas de intercambio catiónico -10-. El suministro hacia cada uno de los bucles de columnas de intercambio de iones y asimismo el flujo procedente de las mismas del
15. líquido que se debe tratar, es esencialmente el mismo que el flujo de introducción y eliminación de agente regenerador de resinas y del flujo que sale de la zona de eliminación.

20. Discusión de una realización específica de la presente Patente.

Como realización específica de la presente Patente y con referencia al dibujo adjunto, el sistema objeto de esta Patente se puede utilizar para tratar las aguas residuales de una planta de fertilizante que

25. tiene de modo típico los siguientes constituyentes: NH_3 , 340 ppm; Mg, 4,8 ppm; Ca, 60 ppm; NO_3 , 1240 ppm; Cl, 53 ppm; SO_4 , 72 ppm; Si O_2 , 15 ppm; urea, 27 ppm (promedio).

El bucle -10- de intercambio catiónico funciona durante un periodo de 13'5 horas durante el cual se

30. trataron 18114 litros, (4792 galones) de residuos líqui-



- dos de la planta de fertilizantes. Esto dió como resultado un agua descationizada con un contenido menor de 5 ppm de NH_3 y un producto de nitrato amónico (AN) de 345 litros (91 galones) con un promedio de concentración de
5. AN de 97 grs/litro (0'81 libras por galón). Se tuvieron las siguientes condiciones operativas: tiempo de paso, 2'25 minutos; tiempo de pulsación, 10 segundos; longitud de pulsación 330,2 mm. (13 pulgadas); alimentación de resina, 37,6 litros/hora (1'33 pies cúbicos/hora); velocidad de alimentación 22,68 litros/minuto (6'15 galones/minuto); flujo 1277 litros/minuto/cm² (31'4 gpm/pie) y resina Dowex HCR-W, con un tamaño 16-100 malla standard; agente regenerador de ácido nítrico acuoso con una concentración 15-35% en peso.
- 10.
15. El bucle -13- de columna intercambiadora de aniones se hizo funcionar durante un tiempo total de 16'5 horas, tratando 16254 litros (4300 galones) de flujo líquido descationizado del bucle de columna -10- de intercambio catiónico, proporcionando agua desmineralizada,
20. esencialmente libre de nitratos, conteniendo menos de 5 ppm de NH_3 y un producto de nitrato amónico (AN) de 4095,8 litros (111 galones) con una concentración de AN de 59 grs/litro (0'495 libras/galón). Se tuvieron las siguientes condiciones de funcionamiento: tiempo de paso
25. 2'25 minutos; tiempo de pulsación 10 segundos; longitud de pulsación 355,6 mm. (14 pulgadas); alimentación de resinas 40836 litros/hora (1443 pies cúbicos/hora); velocidad de alimentación 17 litros/minuto (4'5 galones/minuto); flujo, 935 litros/minuto/cm² (23 gpm/pie²) y resina IRA-
30. 93 con un tamaño 16-100 malla standard, base débil. El

412425

28 FEB.



regenerante era una solución de amoníaco acuosa de 4-25% en peso.

La solución de nitrato amónico fertilizante producida tanto de la columna de intercambio catiónico como aniónico tuvo una concentración 15-25% en sólidos en peso y en el depósito destinado a recibir el mismo, el exceso de ácido contenido se neutralizó con hidróxido amónico.

Antes de introducir el flujo acuoso residual de la planta fertilizante en el bucle de columnas de intercambio catiónico -10-, se hace pasar preferentemente dicho flujo a través de uno o más filtros para eliminar materiales en forma de partículas y urea.

Además, antes de efectuar el reciclado del flujo acuoso desmineralizado del bucle de columna de intercambio aniónico, tanto al bucle de columnas de intercambio catiónico como al bucle de columnas de intercambio aniónico como medio de lavado de resina catiónica y medio de lavado de resina aniónica respectivamente, cuyo flujo acuoso desmineralizado se puede reciclar también al sistema principal para la producción de nitrato amónico para su utilización en las torres de refrigeración, este flujo acuoso desmineralizado mencionado, se puede introducir en un segundo lecho de una resina de intercambio aniónico, fijada o no, y preferentemente una resina de intercambio aniónico base fuerte para eliminar componentes de sílice de la misma. A continuación, este segundo lecho de resina de intercambio aniónico se puede regenerar utilizando hidróxido sódico como agente regenerante, dirigiendo el producto líquido de salida directamente a un efluente de agua residual.

412425 28



Adicionalmente, el flujo acuoso desmineralizado y esencialmente libre de silice producido en el segundo lecho de resina de intercambio de aniones se puede reciclar a la planta principal de producción de fertilizantes, que produce nitrato amónico, como agua de alimentación de calderas o agua de torre de refrigeración.

El diámetro de la zona de carga así como el diámetro de la zona de eliminación de cada bucle de columnas puede variarse. Generalmente, el diámetro de la zona de carga será por lo menos de 12 pulgadas para conseguir un tratamiento económico y eficaz del flujo acuoso residual de la planta fertilizante. Las columnas están construídas preferentemente de acero suave y las secciones de las mismas pueden tener una forma acampanada de hasta un diámetro de 12 pulgadas de las válvulas de mariposa y a los codos de 12 pulgadas.

Se comprenderá de la descripción anterior de la presente Patente, que no queda limitada a la práctica o funcionamiento mencionado en las realizaciones descritas como ejemplo, pudiéndose introducir variaciones que no se apartan de los principios de la invención.

N O T A.

Se reivindica como objeto de esta Patente de Invención:

1.- Un proceso continuo para la fabricación de un material fertilizante que contiene nitrato amónico, a partir del flujo acuoso residual de una planta de fertilizantes que contiene cationes contaminantes que comprenden iones amonio y metálicos productores de dureza así como aniones contaminantes que comprenden iones nitrato



caracterizado por las siguientes fases:

- (1) Introducción del flujo acuoso residual de la planta de fertilizantes en la parte alta de una primera sección de un bucle de columnas de intercambio catiónico que tiene un lecho de resina de intercambio catiónico desplazable y haciendo que dicho flujo de agua residual pase hacia abajo a través de dicho lecho de resina catiónica para transferir los iones amonio e iones metálicos productores de dureza del flujo acuoso residual a dicho lecho catiónico, quedando dispuesta dicha primera sección del bucle de columnas de intercambio catiónico adyacente al extremo superior de dicho bucle de columnas de intercambio catiónico, a la vez que,
 5. (2) se retira de la parte baja de dicha primera sección del bucle de columnas de intercambio catiónico un flujo acuoso sin dureza que contiene cantidades sustancialmente reducidas de componentes de ion amonio y que tiene componentes de anión nitrato;
 10. (3) introducción de un agente regenerante de ácido nítrico acuoso en la parte baja de una segunda sección de dicho bucle de columnas de intercambio catiónico, conteniendo resina catiónica cargada con amoníaco y componentes metálicos productores de dureza procedentes de la fase (1) y provocando que dicho agente regenerador pase hacia arriba a través de dicha resina catiónica cargada;
 20. (4) retirar de la parte superior de dichas segundas sección del bucle de columna de intercambio catiónico un flujo líquido que contiene nitrato amónico;
 25. (5) interrumpir el flujo de líquido residual de
 - 30.

412425

28

FEB



- la planta de fertilizante en (1) y el flujo de agente regenerante de ácido nítrico en (3) a las respectivas primera y segunda secciones de dicho bucle de columnas de intercambio catiónico;
5. (6) introducción de un medio pulsante de resina de intercambio catiónico en una sección pulsante de resina de intercambio catiónico intermedia entre la entrada y salida de la misma, comunicando la salida de dicha sección pulsante de resina de intercambio catiónico con la parte superior de dicha sección segunda del mencionado bucle de columnas de intercambio catiónico y la entrada de dicha sección pulsante de resina de intercambio catiónico comunicando con la parte superior de dicha primera sección, con lo que el lecho de resina catiónica en dicho bucle de columnas de intercambio catiónico es desplazada de una sección de la misma a la sección contigua, introduciendo por lo tanto en la parte superior de la segunda sección resina catiónica de la primera sección pulsante de la resina de intercambio catiónico, que lleva los componentes amónico y metal productor de dureza previamente eliminados del flujo acuoso residual procedente de la planta fertilizante para regeneración de éste, con lo que a su vez, por lo menos una parte de dicha resina catiónica de la parte inferior de dicha segunda sección es desplazada de la misma, provocando la introducción en la parte inferior de dicha primera sección, de resina catiónica que previamente ha sido regenerada en dicha segunda sección, con lo que, a su vez, por lo menos una parte de dicha resina catiónica de la parte superior de dicha primera sección es desplazada de la misma;

412425

28



(7) detectar la presencia de agente regenerante acuoso de ácido nítrico en el lecho de resina catiónica sometida a pulsación entre la parte inferior de dicha segunda sección y la parte inferior de dicha primera sección y en respuesta a la misma, introducir un medio de lavado de resina de intercambio catiónico en dicho bucle de columnas de intercambio catiónico intermedio entre dichas primera y segunda secciones en una dirección en contracorriente con respecto al movimiento de dicho lecho de resina de intercambio catiónico, estableciendo por lo tanto la introducción de resina de intercambio catiónico sustancialmente libre de agente regenerante acuoso de ácido nítrico, en dicha parte inferior de la primera sección mencionada;

(8) introducción de dicho flujo acuoso de salida suavizado, que tiene cantidades sustancialmente reducidas de iones amonio y que tiene componentes de anión nitrato procedentes de la fase (2), en la parte superior de la primera sección de un bucle de columna de intercambio aniónico que tiene un lecho de resina de intercambio aniónico desplazable en su interior y haciendo que el flujo acuoso suavizado pase hacia abajo a través de dicho lecho de resina aniónica, para transferir los iones nitrato del flujo acuoso suavizado a dicha resina aniónica, quedando dispuesta dicha primera sección del bucle de columnas de intercambio aniónico adyacente al extremo superior de dicho bucle de columna de intercambio aniónico, al propio tiempo que,

(9) se retira de la parte inferior de dicha primera sección del bucle de columnas de intercambio aniónico

412425

28 FEB 1973



co, un flujo acuoso desmineralizado y sustancialmente li
bre de nitratos;

- (10) introducción de un agente regenerador acuoso de amoníaco en la parte baja de una segunda sección de
5. dicho bucle de columnas de intercambio aniónico que contienen resinas aniónicas cargadas de componentes nitrato de (8), haciendo que dicho agente regenerador fluya hacia arriba a través de dicha resina aniónica cargada;
- (11) retirar de la parte superior de dicha segunda
10. sección del mencionado bucle de columna de intercambio aniónico un flujo que contiene nitrato amónico;
- (12) interrumpir el flujo de agua suavizada en (8) y el flujo de agente regenerador de amoníaco acuoso en (10) a las respectivas primera y segunda secciones de
15. dicho bucle de columnas de intercambio aniónico;
- (13) introducción de un medio pulsante de resi
na de intercambio aniónico en una sección pulsante de re
sina de intercambio aniónico intermedia entre la entrada y salida de la misma, comunicando la salida de dicha sec
20. ción pulsante de la resina de intercambio aniónico con la parte superior de dicha segunda sección del mencionado bucle de columnas de intercambio aniónico y comunicando la entrada de dicha sección pulsante de resina de intercambio aniónico con la parte superior de dicha prime
25. ra sección, con lo que el lecho de resina aniónica de dicho bucle de columnas de intercambio aniónico es desplazado de una sección a otra contigua, introduciendo por lo tanto en la parte superior de la segunda sección, resina aniónica de dicha sección pulsante de resina de intercam
30. bio aniónico, la cual lleva los componentes de aniones

412425

28 FEB 1951



nitrate previamente eliminados del flujo acuoso suavizado para regeneración del mismo, con lo que a su vez, por lo menos una parte de dicha resina aniónica en la parte inferior de dicha segunda sección es desplazada de la misma, provocando por lo tanto la introducción en la parte inferior de dicha primera sección de resina aniónica que ha sido regenerada previamente en dicha segunda sección mencionada, con lo que, a su vez, por lo menos una parte de dicha resina aniónica en la parte superior de dicha primera sección es desplazada de la misma y

(14) detectar la presencia de agente regenerador acuoso de amoníaco en el lecho de resina aniónica que es sometida a pulsación entre la parte inferior de dicha segunda sección y la parte inferior de dicha primera sección y en respuesta a la misma introducir medio de lavado de resina de intercambio aniónico en dicho bucle de columnas de intercambio aniónico en una zona intermedia entre dichas primera y segunda secciones, en dirección contracorriente al movimiento de dicho lecho de resina de intercambio aniónico, estableciendo por lo tanto la introducción de resina de intercambio aniónico sustancialmente libre de agente regenerador de amoníaco líquido en la parte inferior de dicha primera sección; siendo dicho medio de lavado de resina de intercambio catiónico introducida en dicho bucle de columnas de intercambio catiónico en la fase (7) y el medio de lavado de resinas de intercambio aniónico introducidas en dicho bucle de columnas de intercambio aniónico en la fase (14), dicho flujo desmineralizado acuoso y sustancialmente libre de nitratos retirado de la parte inferior de dicha primera sec-

412425



ción de dicho bucle de columnas de intercambio aniónico en la fase (9).

- 2.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por la introducción de dicho residuo acuoso
5. procedente de la planta de fertilizante en la fase (1), la introducción de agentes regenerantes de ácido nítrico acuoso en la fase (3), la introducción de flujo acuoso suavizado en la fase (8) y la introducción de un agente regenerante acuoso de amoníaco de la fase (10), se lle-
10. van a cabo durante un primer periodo de tiempo predeterminado y llevándose a cabo dicho desplazamiento del lecho de resina de intercambio catiónico de la fase (6) y el desplazamiento del lecho de resina de intercambio anió-
15. nico de la fase (13) durante un segundo periodo de tiempo predeterminado.

- 3.- Un procedimiento continuo para el reciclado de residuos acuosos procedentes de una planta de fabricación de nitrato amónico, para eliminar la contaminación resultante de dicho residuo acuoso, el cual contiene amoníaco, nitratos, elementos productores de dureza, cloruros, sulfatos, sílice, urea, materiales en forma de partículas y otros componentes de mineralización, comprendiendo dicho procedimiento las fases de:
20. ne amoníaco, nitratos, elementos productores de dureza, cloruros, sulfatos, sílice, urea, materiales en forma de partículas y otros componentes de mineralización, comprendiendo dicho procedimiento las fases de:

- (1) Hacer pasar dicho flujo acuoso residual a
25. través de una primera zona de un bucle de columnas de intercambio catiónico que tiene un lecho de resinas de intercambio catiónico, con lo que el flujo acuoso residual que pasa a través de dicha primera zona en dicho bucle de columnas de intercambio catiónico entra en contacto con
30. dicha resina de intercambio catiónico e intercambia iones

412425 27 -

28 FEB 1971



metálicos en el flujo acuoso residual por iones hidrógeno de la resina de intercambio catiónico;

5. (2) retirar el flujo acuoso sustancialmente descationizado que contiene los componentes aniónicos de dicha primera zona de dicho bucle de columnas de intercambio catiónico;

10. (3) hacer pasar dicho flujo acuoso descationizado que contiene componentes aniónicos a través de la primera zona de un bucle de columnas de intercambio aniónico que tiene un lecho de resinas de intercambio aniónico, con lo que dicho flujo acuoso descationizado que pasa a través de dicha primera zona en el mencionado bucle de columnas de intercambio aniónico entra en contacto con dicha resina de intercambio aniónico e intercambia los
15. componentes aniónicos por iones hidróxilo en la resina de intercambio aniónico;

(4) retirar el flujo acuoso sustancialmente desmineralizado de dicha primera zona en dicho bucle de columnas de intercambio aniónico;

20. (5) hacer entrar en contacto la resina de intercambio catiónico cargada de iones metálicos de la fase (1) en una segunda zona de dicho bucle de columnas de intercambio catiónico con agente regenerante de ácido nítrico que tiene una concentración de 15-35% en peso para
25. regenerar dicha resina de intercambio catiónico;

- (6) hacer entrar en contacto la resina de intercambio aniónico cargada de componentes aniónicos de la fase (3) en una segunda zona de dicho bucle de columnas de intercambio aniónico con una solución de hidróxido amónico que tiene una concentración entre 4-25% en pe
- 30.

41242

28 FEB 1970



so, para regenerar dicha resina de intercambio aniónico;

(7) interrumpir el paso de dicho flujo acuoso residual y dicho agente regenerante de ácido nítrico a las respectivas zonas del bucle de columnas de intercambio

5. bio catiónico;

(8) introducir en el bucle de columnas de intercambio catiónico un medio pulsante bajo presión suficiente para desplazar la resina de intercambio catiónico previamente cargada con iones metálicos en la fase (1)

10. en dicha primera zona del bucle de columnas de intercambio catiónico hacia adentro de dicha segunda zona del bucle de columnas de intercambio catiónico para su regeneración y desplazar la resina de intercambio catiónico previamente regenerada en la fase (5) en dicha segunda

15. zona del bucle de columnas de intercambio catiónico, hacia adentro de dicha segunda zona del bucle de columnas de intercambio catiónico;

(9) interrumpir el paso de dicho flujo acuoso residual y dicho agente regenerador de hidróxido amónico a las respectivas zonas del bucle de columnas de intercambio aniónico;

20.

(10) introducir en el bucle de columnas de intercambio aniónico un medio pulsante bajo suficiente presión para desplazar la resina de intercambio aniónico

25. previamente cargada con componentes aniónicas en la fase (3) en dicha primera zona del bucle de columnas de intercambio aniónico hacia adentro de dicha segunda zona del bucle de columnas de intercambio aniónico para su regeneración y desplazar la resina de intercambio aniónico pre

30. viamente regenerada en la fase (6) en dicha segunda zona

412425

- 29 -

41244

28



del bucle de columnas de intercambio aniónico, hacia adentro de la mencionada primera zona del bucle de columnas de intercambio aniónico;

- (11) mezclar las soluciones regenerativas retiradas de la segunda sección del bucle de columnas de intercambio catiónico y la segunda sección del bucle de columnas de intercambio aniónico para conseguir sustancialmente una solución de nitrato amónico que contiene componentes catiónicos y aniónicos previamente contenidos en el flujo acuoso residual con una concentración entre 15-25% de sólidos en peso y

(12) devolver este flujo concentrado de nitrato amónico conteniendo los componentes catiónicos y aniónicos al proceso de producción de nitrato amónico.

15. 4.- El proceso de la reivindicación 3, caracterizado porque el flujo residual acuoso se hace pasar a través de filtros para eliminar materiales en forma de partículas y urea como fase previa a las fases de intercambio de iones.

20. 5.- El proceso de la reivindicación 3, caracterizado porque el flujo residual sustancialmente desmineralizado obtenido de la fase (4) de la reivindicación 3, es reciclado a otras fases del proceso de fabricación de nitrato amónico, incluyendo las torres de refrigeración.

25. 6.- El proceso de la reivindicación 3, caracterizado porque el flujo residual sustancialmente desmineralizado obtenido en la fase (4) de la reivindicación 3, se hace pasar a través de la resina de intercambio aniónico para quitar componentes residuales silíceos y a continuación, se recicla a un equipo regenerador de vapor del
30. proceso de fabricación de nitrato amónico, como agua de

612423 28 FEB 1943
U.S. PATENT OFFICE
WASHINGTON, D.C.

alimentación de calderas.

5. 7.- El procedimiento de la reivindicación 3, caracterizado porque la resina de intercambio catiónico es una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida.

8.- El proceso de la reivindicación 3, caracterizado porque la resina de intercambio aniónico es una resina de intercambio aniónico base débil.

10. 9.- El proceso de la reivindicación 6, caracterizado porque la resina de intercambio aniónico es una resina de intercambio aniónico base fuerte.

15. 10.- El proceso de la reivindicación 6, caracterizado porque se interrumpe el flujo de agua sustancialmente desmineralizada que fluye hacia la resina de intercambio aniónico y la resina de intercambio aniónico es regenerada con hidróxido sódico.

11.- El proceso de la reivindicación 10, caracterizado porque la resina de intercambio aniónico es una resina de intercambio aniónico base fuerte.

20. Sean cuales fueren las circunstancias que concurran en la esencialidad de la Patente de Invención, definida en las anteriores reivindicaciones, cuyo objeto es:

25. 12.- "UN PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES DE PLANTAS DE FABRICACIÓN DE FERTILIZANTES".

Consta la presente memoria de treinta y una hojas foliadas, mecanografiadas por una sola cara y de los



412425 28 FEB

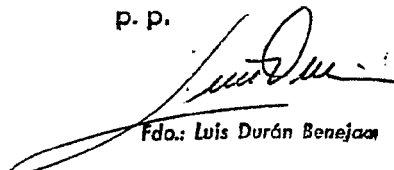
dibujos unidos a la misma.

Barcelona, 28 FEB. 1973

P.A. de CHEMICAL SEPARATIONS CORPORATION.

ALFONSO DURÁN

P. P.



Fdo.: Luis Durán Benezet

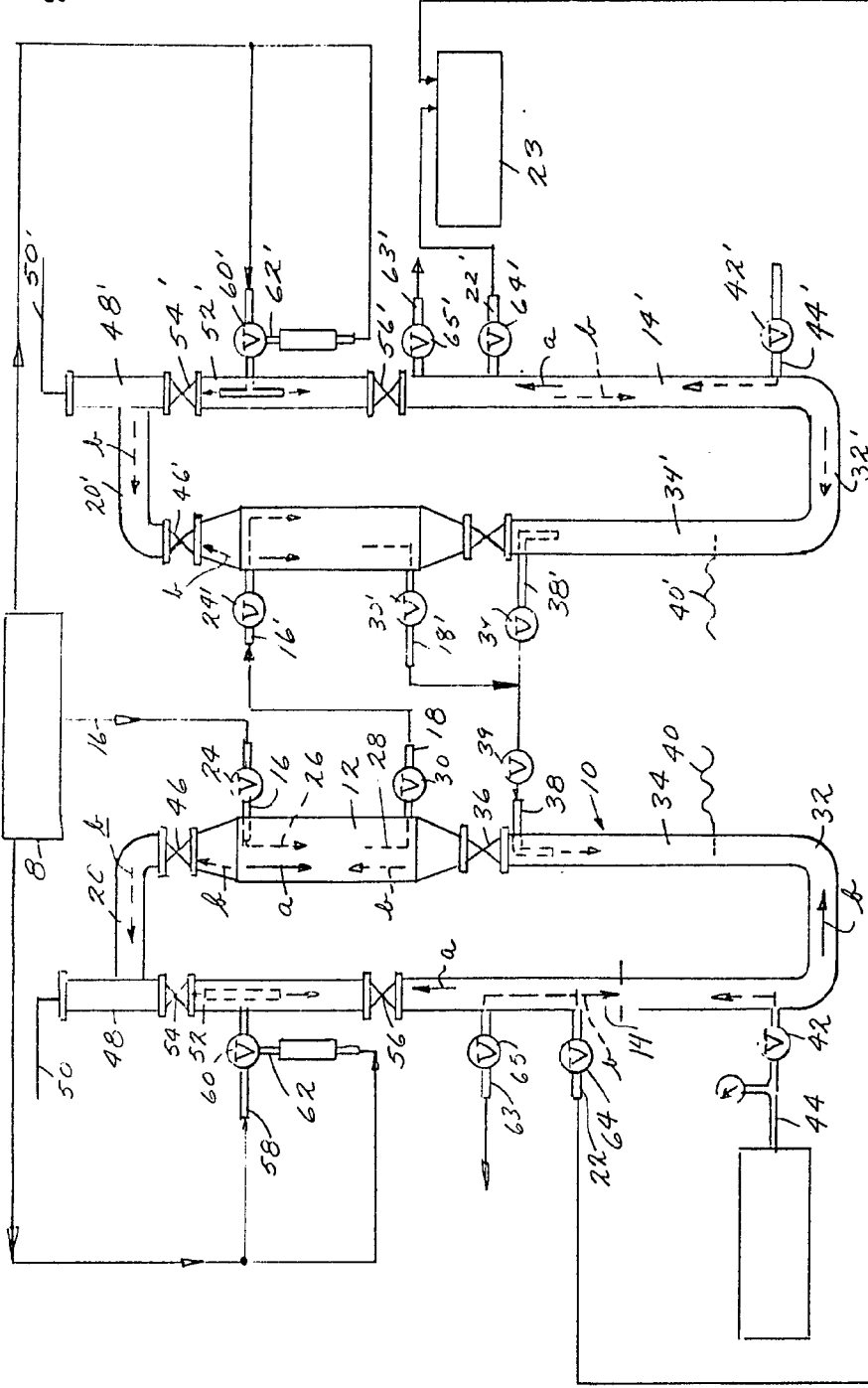
JR/pc.



412425

412425

412425



BARCELONA, 27 MAR. 1973
R. A.

ALFONSO DURÁN
P. P.

Fdo: Luis Durán Benejane

412425

