

-8 NOV. 1975

442464

P.- 61.443

DCR-B-MGY-PKT

AMD

S. 74/35

Int. Cl. B01D; C01C

MEMORIA DESCRIPTIVA

PARA SOLICITAR

PATENTE DE INVENCION

a nombre de SOLVAY & CIE

Sociedad Anónima belga

establecida en 33 rue du Prince Albert, B-1050 Bruselas,  
Bélgica,

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION DE AMONIACO"

La presente invención concierne a un procedimiento mejorado de recuperación de amoníaco a partir del líquido de los filtros de las fábricas de sosa que emplean amoníaco, procedimiento que permite reducir al mínimo la cantidad de agente básico utilizada, lo que a su vez reduce a un mínimo la formación de lodos residuales, así como la contaminación de los ríos.

Se sabe que en el procedimiento de fabricación de sosa empleando amoníaco, se carbonata con anhídrido carbónico una salmuera de cloruro sódico saturada de amoníaco, lo que provoca la precipitación de bicarbonato sódico, el cual se separa, por ejemplo por filtración, y se calcina para formar carbonato sódico, mientras que las aguas madres de la cristalización del bicarbonato se tratan para recuperar el amoníaco con vistas a su nueva utilización. Estas aguas madres consisten en una solución acuosa que contiene en solución principalmente cloruro amónico, pero como la conversión del cloruro sódico no es completa, las aguas madres contienen igualmente una proporción relativamente importante de cloruro sódico; en ellas se encuentra, además, amoníaco libre, es decir amoníaco como tal y compuestos amoniaca-les volátiles, por ejemplo bicarbonato y carbonato amónicos, así como impurezas que proceden de la salmuera utilizada. La operación de recuperación del amoníaco, llamada "destilación", se efectúa en una instalación que comprende una columna cuya

parte superior funciona como recalentador y la parte inferior como destilador, estando intercalada en la circulación del líquido entre estas dos partes, con vistas a la adición de un agente básico, por ejemplo cal o una lechada de cal, una cuba con agitador denominada "alcalinizador previo"; se introduce vapor de agua por la parte baja del destilador, como agente de calentamiento y de arrastre. En una instalación como esta, los compuestos amoniacales volátiles se descomponen en el recalentador y los productos de la descomposición (amoníaco y anhídrido carbónico), así como el amoníaco como tal, son arrastrados por la corriente ascendente de vapor; en el alcalinizador previo, el cloruro amónico es disociado por el agente básico, liberando amoníaco y cloruro del metal del agente básico (cloruro de calcio, en caso de que se emplee la cal). El destilador propiamente dicho sirve para concluir la disociación del cloruro amónico y para realizar el arrastre con vapor de los constituyentes gaseosos presentes en estado disuelto.

Con el fin de asegurar un grado de recuperación del amoníaco tan elevado como sea posible, se ha empleado siempre, hasta ahora, un exceso de agente básico con relación a la cantidad estequiométricamente necesaria para la disociación del cloruro amónico (cfr. TEPANG HOU - Manufacture of Soda - 2ª edición - 1942 - página 239).

Se han descrito medios para asegurar este

exceso. Así, según la patente británica número 715, del 9 de febrero de 1.883, a nombre de L. MOND, no se prevé ningún alcalinizador previo y se introduce lechada de cal por la parte superior del destilador, pero se prevé una introducción de lechada de cal por la parte baja de la columna, para paliar un eventual déficit de cal.

Según un procedimiento descrito en la patente de Estados Unidos número 2.781.244, del 18 de Septiembre de 1.952, presentada por C.F. HECKLINGER y cedida a la ALLIED CHEMICAL AND DYE CORP., se procura reducir el exceso de cal empleado, utilizando un sistema de regulación. Al comprobar que no es posible regular el caudal de lechada de cal introducido en el alcalinizador previo en función del pH del líquido que sale del destilador, porque la curva de respuesta del pH (en función del exceso o del déficit de cal) no es suficientemente acentuada a lo largo de todo su curso, se soslaya esta dificultad proponiendo no introducir en el alcalinizador previo de una manera regulada más que una parte (85 a 95% aproximadamente) de la cantidad estequiométrica de cal, sobre la base de un valor de comprobación del pH en una zona próxima al punto de viraje ( $\text{pH} = 9,23$ ), pero inferior a éste, en el que la respuesta es más rápida; en la conducción entre el alcalinizador previo y el destilador se vuelve a añadir un complemento constante de lechada de cal, a fin de asegurar globalmente la presencia de un ligero exceso de cal.

Por consiguiente, los procedimientos anteriores descritos en lo que antecede, exigen siempre el empleo de un exceso de cal para agotar completamente el cloruro amónico de las aguas madres. Si se emplea una cal poco reactiva, este exceso puede alcanzar el 10% en peso y se pierde totalmente con los lodos evacuados por la parte inferior de la columna de destilación, lodos cuyo volumen es por lo demás, tanto más grande, cuanto más elevado sea el exceso de cal empleado. Además, si las aguas residuales son vertidas a un río, el exceso remanente de cal les confiere un pH elevado que contribuye evidentemente a la contaminación.

La solicitante ha encontrado un procedimiento que permite evitar estos inconvenientes, eliminando la necesidad de utilizar un exceso de agente básico.

El procedimiento según la presente invención consiste en realizar la recuperación del amoníaco a partir del líquido de los filtros de las fábricas de sosa que emplean amoníaco, el cual contiene especialmente amoníaco libre y cloruro amónico, procedimiento en el que el líquido se calienta y se hace pasar por él una corriente de vapor en una columna recalentadora para desprender especialmente el amoníaco libre y, después, se le añade un agente básico en un alcalinizador previo, en una cantidad que permite descomponer la mayor parte, pero no la totalidad, del cloruro amónico, liberando amoníaco y, finalmente, se le trata con vapor a fin de arrastrar

5

los productos gaseosos liberados, en un destilador, en el que es introducido igualmente el complemento de agente básico necesario para descomponer la totalidad del cloruro amónico, estando caracterizado dicho procedimiento porque el agente básico utilizado en el alcalinizador previo es cal y el complemento utilizado en el destilador, es un hidróxido de metal alcalino. Según una forma preferida de la invención, la cantidad de agente básico de complemento introducida en el destilador, se ajusta sin exceso con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para disociar todo el cloruro amónico.

10

El ajuste de la cantidad de agente básico a añadir como complemento en el destilador, se puede efectuar por cualquier método sensible a la presencia de iones  $\text{NH}_4$ , por ejemplo mediante el empleo de un electrodo selectivo. Se puede utilizar, ventajosamente, una señal proporcionada por una medida del pH del líquido que circula por el destilador cerca de la salida de este aparato.

15

20

El hidróxido de metal alcalino que sirve de agente básico de complemento, puede ser especialmente sosa cáustica en solución acuosa obtenida por vía química o por vía electrolítica. En este último caso, se pueden utilizar soluciones cáusticas prácticamente puras, tales como las que se preparan por electrolisis de una salmuera de cloruro sódico en las cubas de mercurio, o soluciones que contienen a la vez sosa cáustica y cloruro sódico preparadas en cubas con dia-

25

fragma, habiendo sido reducido eventualmente el contenido de cloruro sódico mediante un tratamiento de concentración en NaOH.

5                   Ciertamente, se había ya utilizado sosa cáustica  
electrolítica para regenerar el amoniaco a partir del líquido  
de los filtros de las fábricas de sosa. Una operación como  
esta está descrita por ejemplo en la patente alemana  
270.619, del 4 de diciembre de 1912, a nombre de A. CLEMM,  
y en la patente francesa 460.837, del 23 de julio de 1913  
10                   correspondiente, pero en este caso se trataba de la supresión  
total del empleo de cal y el procedimiento no hacía alusión  
en absoluto a tratar de evitar el empleo de un exceso de agente  
básico. El procedimiento según la presente invención está  
basado sobre el hecho de que la sustitución de la cal por un  
15                   hidróxido de metal alcalino en la segunda etapa de la diso-  
ciación del cloruro amónico, permite regular exactamente las  
cantidades de agente básico a emplear, por ejemplo, gracias a  
una medida del pH efectuada en las proximidades de la salida  
del destilador.

20                   Si se basa la regulación de la cantidad de hidróxido  
de metal alcalino a introducir como complemento, sobre una  
medida del pH del líquido que sale del destilador o que se  
encuentra en las proximidades de la salida del destilador,  
el método de medida del pH y los aparatos a él asociados para  
25                   la regulación de la introducción del complemento de hidróxido

de metal alcalino necesario, pueden ser de un tipo cualquiera bien conocido por el técnico en la materia. El nivel crítico del pH que hay que mantener a la salida del destilador, se sitúa en las proximidades de 9,5. Ventajosamente, se pueden  
5 utilizar dos medidores de pH colocados respectivamente, uno en el último plato, y el otro sobre el plato precedente a aquél en el que se efectúa la introducción del complemento de hidróxido de metal alcalino en la columna de destilación.

La adición de lechada de cal, o de cal, se efectúa  
10 en el alcalinizador previo, como en la fábrica de sosa clásica, pero utilizando la cal en defecto con relación a la cantidad de cloruro de amonio contenida en el líquido del recalentador introducido en el alcalinizador previo. La adición de la solución acuosa de hidróxido de metal alcalino, utilizada como complemento para mantener el pH a la salida del destilador en las proximidades de 9,5, se puede hacer sobre uno  
15 de los últimos platos de la columna de destilación, o por la parte superior de una segunda columna puesta en serie con la columna de destilación principal, introduciéndose entonces el vapor de agua por la parte inferior de esta segunda columna. Esta variante está justificada especialmente, si las columnas existentes en las instalaciones de fabricación de sosa en servicio, que hay que adaptar al procedimiento según la  
20 invención, no son suficientemente eficaces para asegurar el agotamiento de la cal en el tramo aguas arriba de la intro-  
25

ducción del complemento de agente básico y/o para asegurar la disociación del cloruro amónico residual por el complemento de agente básico en el tramo aguas abajo de la introducción de dicho complemento. En caso de que se emplee una  
5 segunda columna de destilación puesta en serie, los medidores de pH se colocan, por ejemplo, en la parte inferior de las dos columnas.

Las ventajas del procedimiento según la invención residen en una utilización completa de la cal, lo que se  
10 traduce por una economía de reactivo y por una disminución muy sensible del volumen de los lodos residuales de la destilación. Además, el empleo complementario de una solución de hidróxido de metal alcalino sin exceso con relación a la cantidad estequiométrica, permite valorar el contenido even-  
15 tual de compuestos de magnesio de la cal empleada en la primera etapa, valoración debida a la conversión de estos compuestos de magnesio en hidróxido de magnesio, el cual es igualmente capaz de disociar el cloruro amónico en las condiciones descritas en lo que antecede. La posibilidad de re-  
20 gular exactamente las cantidades de agente básico utilizadas, permite evitar que las aguas residuales vertidas eventualmente a un río, acusen un pH demasiado elevado. Finalmente, con relación al procedimiento de CLEMM, que utiliza exclusivamente sosa cáustica en la destilación, el procedi-  
25 miento según la invención presenta la ventaja de ser mucho

más económico en razón del coste menos elevado de la cal.

Por razones de economía, la parte de agente básico constituida por la cal, será tan elevada como sea posible, pero tal que se sepa con seguridad que nunca se ha de sobrepasar la cantidad estequiométrica. Una parte alícuota comprendida entre 75 y 99% de la cantidad estequiométrica, responde en general a este criterio.

5

10

Las figuras 1 y 2 adjuntas, constituyen un esquema de los ejemplos de realización industrial del procedimiento según la invención, sin que, por lo mismo, el alcance de la patente sea limitada a estos modos de realización particulares.

15

La figura 1 representa esquemáticamente la instalación de recuperación de amoníaco de una fábrica de sosa que emplea amoníaco, en la cual se aplica el procedimiento de la invención, utilizando la columna de destilación anteriormente en servicio.

20

La figura 2 representa una instalación en la cual la columna de destilación existente, ha sido prolongada por una nueva columna puesta en serie con la antigua.

25

En estas figuras, 1 representa el recalentador, 2 y 2' el o los destiladores, 3 el alcalinizador previo, 4 y 5 las canalizaciones de traída del líquido del recalentador al calentador previo y de traída del líquido del alcalinizador previo al destilador, 6 la entrada del líquido

de los filtros de la instalación de fabricación de sosa a la columna recalentadora, 13 la placa de separación entre el recalentador y el destilador, 14 la salida del gas y de los vapores del recalentador, 7 la entrada de la lechada de cal al alcalinizador previo, 8 la entrada de vapor por la parte inferior del destilador, 9 la salida del líquido y de los lodos del destilador, 10 la entrada de la solución de hidróxido de metal alcalino para completar el agente básico, y 11 y 12 el sistema de medidores de pH y de control que determina, en función de los pH registrados, la cantidad de hidróxido alcalino para completar, que hay que introducir en 10.

Para la utilización de esta instalación, conforme a la presente invención, el líquido de los filtros de la instalación de fabricación de sosa, que contiene disueltos en agua, especialmente cloruro amónico, amoníaco libre y cloruro sódico, entra por 6 en el recalentador 1, donde la corriente ascendente de vapor arrastra el amoníaco y el anhídrido carbónico liberados hacia la parte alta 14 de la columna; por la parte inferior del recalentador, el líquido pasa por la canalización 4 al alcalinizador previo 3, donde es sometido, durante un cierto tiempo, bajo agitación, a la acción de una lechada de cal introducida por 7. La cantidad de cal aquí añadida es siempre inferior a la cantidad estequiométricamente necesaria para liberar el amoníaco fijado

en el cloruro de amonio; se introducen, por ejemplo, de 75 a 99% de la cantidad estequiométrica. La regulación de esta cantidad puede hacerse gracias a una medida del pH en 12, según el método descrito en la patente de Estados Unidos número 2.781.244. Seguidamente, el líquido sale del alcalinizador previo 3 y pasa por la canalización 5 a la parte alta de la columna de destilación 2, en la cual debe terminarse la disociación de los compuestos de amoníaco fijado ( $\text{NH}_4\text{Cl}...$ ) y el arrastre de los gases por el vapor introducido por 8. El líquido, exento de amoníaco, y los lodos, salen del destilador por 9. Para permitir la terminación de la disociación del cloruro amónico, se introduce por 10, un poco por debajo de la mitad de la altura del destilador por ejemplo, el complemento de agente básico necesario, y éste en forma de una solución acuosa del hidróxido de metal alcalino, por ejemplo sosa cáustica electrolítica. En la forma de ejecución de la invención según las figuras 1 y 2, la estimación del valor del complemento de agente básico a añadir en el destilador, se efectúa de una manera continua y automática mediante medidas de pH tomadas en dos puntos de la columna de destilación, uno en 11 que está muy próximo a la salida del líquido, y otro en 12, que precede al punto de introducción del complemento de hidróxido de metal alcalino en la columna; el resultado combinado de las dos medidas se utiliza como señal transmitida a la válvula que abre la introducción por 10 de la base para completar.

Según la figura 2, siendo insuficiente el destilador 2 anteriormente existente, se ha debido unir a una segunda columna 2' puesta en serie con la primera. El vapor se introduce por la parte inferior de la columna 2', por 8, y la cantidad de base para completar, por la parte alta de ésta, por 10. Los medidores de pH 11 y 12 están situados respectivamente en la parte baja de las dos columnas, y el dispositivo de mando de la introducción del complemento básico 10, en la parte alta de la segunda columna.

Las ventajas del procedimiento según la invención se ponen en evidencia por los ensayos descritos en los tres primeros ejemplos siguientes, de los cuales los dos primeros son ejemplos de referencia. Para estos ensayos, se ha utilizado el montaje de laboratorio ilustrado en el esquema de la figura 3. Este montaje comprende un matraz redondo 21 para la producción de vapor, un reactor con agitador 22, un refrigerante 23, un calentador eléctrico 24, un aparato registrador del pH 25, un recipiente de medida de los condensados 26, y una bureta 27 para la introducción de una solución de sosa cáustica. El calentador 24 está regulado de manera que compense las pérdidas térmicas del reactor. La medida del pH se efectúa después de enfriamiento en 28 del líquido, hasta la temperatura ambiente.

Los reactivos utilizados en los ensayos son una solución A, que está destinada a representar el líquido que se-

le del recalentador, y una lechada de cal de las composiciones siguientes:

Solución A

NH <sub>4</sub> Cl	: 142,6 g/l o sea 2,67 N
NH <sub>3</sub>	: 16,4 g/l
NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub>	: 3,8 g/l
NaCl	: 70,1 g/l

Lechada de cal

Alcalinidad cáustica : 8,54 N.

Ejemplo 1

Se introducen en el reactor 22 (véase figura 3) 1,5 litros de solución A y 489 cm<sup>3</sup> de lechada de cal, o sea un exceso de 3% con relación a la cantidad estequiométrica. Los reactivos se calientan previamente a 80°C. Después de media hora de agitación, el pH es de 11,7. Se inyecta el vapor producido en el matraz redondo 21. Se recogen, en 26, 1218 cm<sup>3</sup> de destilado al cabo de 90 minutos. El pH del líquido es de 11,45. El contenido en NH<sub>3</sub> libre del líquido es de 6,8 mg/l. El volumen total de los lodos filtrados sobre embudo de Büchner es de 138 cm<sup>3</sup>.

Ejemplo 2

Se introducen en el reactor 22 (véase figura 3) 1,5 litros de solución A y 445 cm<sup>3</sup> de lechada de cal, o sea un déficit del 5% con relación a la cantidad estequiométrica.

Los reactivos se calientan previamente a 80°C. Después de media hora de agitación, el pH es de 10,75. Se inyecta el vapor producido en el matraz redondo 21. Se recogen, en 26, 1343 cm<sup>3</sup> de destilado al cabo de 105 minutos. El pH del líquido claro es de 7,65. El contenido de NH<sub>3</sub> libre del líquido es de 170 mg/l. El contenido de NH<sub>4</sub>Cl es de 3 g/l. El volumen total de los lodos filtrados sobre embudo de Büchner es de 73 cm<sup>3</sup>.

Con relación al Ejemplo 1, se ve que el empleo de un defecto de cal, en lugar de un exceso, hace descender el pH del líquido final, así como el volumen de los lodos filtrados, pero hace aumentar muy notablemente el contenido de NH<sub>3</sub> libre del líquido final. Además, como podía esperarse, la totalidad del NH<sub>4</sub>Cl no ha sido disociada. La recuperación del amoníaco no es, por consiguiente, satisfactoria.

15 Ejemplo 3

Se introducen en el reactor 22 (véase figura 3) 1,5 litros de solución A y 445 cm<sup>3</sup> de lechada de cal, o sea un déficit del 5% con relación a la cantidad estequiométrica. Los reactivos se calientan previamente a 80°C. Después de media hora de agitación, el pH es de 10,75. Se inyecta el vapor producido en el matraz redondo 21. Se recogen, en 26, 240 cm<sup>3</sup> de destilado en 33 minutos. El pH del líquido es de 9,5. A partir de este momento se inyectan 175 cm<sup>3</sup> de una solución de NaOH N contenida en la bureta 27, de manera que se mantenga el pH a 9,5. Se recogen todavía 1161 cm<sup>3</sup> de destilado al cabo

de 64 minutos. El pH del líquido permanece en 9,5. El contenido del líquido en  $\text{NH}_3$  libre es de 17 mg/l. No existe más  $\text{NH}_4\text{Cl}$  en solución. El volumen total de los lodos filtrados sobre embudo de Büchner es de  $80 \text{ cm}^3$ .

5 Este ejemplo muestra que, con relación al procedimiento clásico (Ejemplo 1), el procedimiento según la invención permite disminuir el pH del líquido final y reducir el volumen de los lodos, evitando al mismo tiempo el empleo de un exceso de reactivo. La disociación del  $\text{NH}_4\text{Cl}$  es completa en los dos casos.

10

Con relación al Ejemplo 2, en el cual se utiliza un defecto de cal, se obtiene aquí una disociación completa del  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y un contenido más pequeño del líquido final en  $\text{NH}_3$  libre, lo que asegura una recuperación satisfactoria del amoníaco en la fábrica de sosa.

15

#### Ejemplo 4

Este ejemplo describe una aplicación industrial del procedimiento de la invención.

En la instalación descrita en la figura 1, el alcalinizador previo 3 es alimentado por 4 mediante el líquido procedente del recalentador 1, con un caudal de  $100 \text{ m}^3/\text{hora}$ . La composición de este líquido es la siguiente:

20

$\text{NH}_4\text{Cl}$  : 148,5 g/l

$\text{NaCl}$  : 62,8 g/l

$\text{NH}_3$  : 16,7 g/l

$\text{NH}_4\text{HCO}_3$  : 2,0 g/l

25

Por 7 se introduce lechada de cal, cuya alcalinidad corresponde a 348 g de  $\text{Ca}(\text{OH})_2/1$ , o sea una alcalinidad cáustica de 9,4 N. La cantidad de lechada de cal introducida corresponde a la neutralización del bicarbonato y a la destrucción del 95% del  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , o sea  $28,3 \text{ m}^3/\text{hora}$ . El ajuste de este caudal se efectúa automáticamente en función del pH en el punto 12, que debe estar próximo a 9,5. El suplemento de álcali es aportado en forma de solución de la composición siguiente:

10                      NaOH            : 121,8 g/l  
                         NaCl            : 194,1 g/l.

El caudal estequiométrico de  $4,5 \text{ m}^3/\text{hora}$  está regulado automáticamente en función de los pH medidos en los puntos 11 y 12.

15                      La solución de la parte inferior de la columna no contiene más que 20 mg  $\text{NH}_3/1$  y su pH es de 9,5.

La presente invención no está limitada a los sistemas específicamente descritos más arriba, sino que cubre igualmente los equivalentes técnicos bien conocidos o al alcance del técnico en la materia. Las variantes posibles pueden referirse, por ejemplo, a la elección de los reactivos (cal o lechada de cal; sosa cáustica) o al modo de realización de la invención. El tipo de recalentador utilizado permanece sin influencia sobre el resultado de la invención. El alcalinizador previo puede ser alimen-

20

25

5 tado con líquido del recalentador por la parte alta del  
aparato, como se muestra en las figuras 1 y 2, o por la  
parte baja. El agitador del alcalinizador previo puede  
ser escogido como de costumbre por el técnico en la mate-  
ria. Las dimensiones y la concepción del destilador no son  
10 parámetros críticos para el alcance de la invención, ni  
tampoco la elección de los medidores de pH o de otros apa-  
ratos de medida equivalentes, ni de los dispositivos de  
regulación de la introducción del reactivo básico para  
completar.

15 Esta Solicitud, que corresponde a la presenta-  
da en Francia el 9 de Noviembre de 1.974, bajo el número  
74.37846, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del  
vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

#### 15 R E I V I N D I C A C I O N E S

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

25 1ª). Procedimiento para la recuperación de amoníaco a partir del líquido de los filtros de las instala-  
ciones de fabricación de sosa que emplean amoníaco, el cual  
contiene amoníaco libre y cloruro amónico, procedimiento en

el cual el líquido se calienta y se hace pasar por él una corriente de vapor en una columna-recalentadora para desprender especialmente amoníaco libre y, después, se le añade un agente básico en un alcalinizador previo, en una cantidad que permite descomponer la mayor parte, pero no la totalidad, del cloruro amónico, liberando amoníaco, y, finalmente, se le trata con vapor a fin de arrastrar los productos gaseosos liberados en un destilador, donde es introducido igualmente el complemento de agente básico necesario para descomponer la totalidad del cloruro de amonio, caracterizado porque el agente básico utilizado en el alcalinizador previo es cal y el complemento utilizado en el destilador es un hidróxido de metal alcalino.

2ª). Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidróxido de metal alcalino que sirve de agente básico de complemento, se añade sin exceso con relación a la cantidad estequiométrica.

3ª). Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque la cantidad de complemento de agente básico añadido al destilador está regulada por una señal dada por una medida del pH del líquido que circula por el destilador, cerca de la salida de este aparato.

4ª). Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque el complemento

de agente básico introducido en el destilador es una solución acuosa de sosa cáustica.

5 5ª). Procedimiento según la reivindicación 4ª, caracterizado porque el complemento de agente básico introducido en el destilador es una solución acuosa de sosa cáustica electrolítica, que puede contener todavía cloruro sódico.

10 6ª). Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque la introducción del agente básico de complemento se efectúa en uno de los últimos pisos del destilador, de manera que se mantenga el pH del líquido que sale de este aparato, en las proximidades de 9,5.

15 7ª). Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 3ª a 6ª, caracterizado porque la medida del pH se efectúa por medio de dos medidores de pH combinados, colocados respectivamente en el último piso del destilador y en el piso que precede a aquél en el que se efectúa la adición del complemento de agente básico añadido al destilador.

20 8ª). Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque se utiliza un destilador que se compone de una columna principal clásica, prolongada por una segunda columna del mismo tipo, puesta en serie con la primera, introduciéndose el vapor y el complemento de agente básico, respectivamente, por la parte inferior y por la parte superior de la segunda columna.

25

9ª). Procedimiento según las reivindicaciones 3ª y 8ª, caracterizado porque la introducción del agente básico de complemento por la parte superior de la segunda columna, está gobernada por las medidas de los pH de los líquidos efectuadas en la parte inferior de las dos columnas.

10ª). Procedimiento para la recuperación de amoníaco.

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

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

15

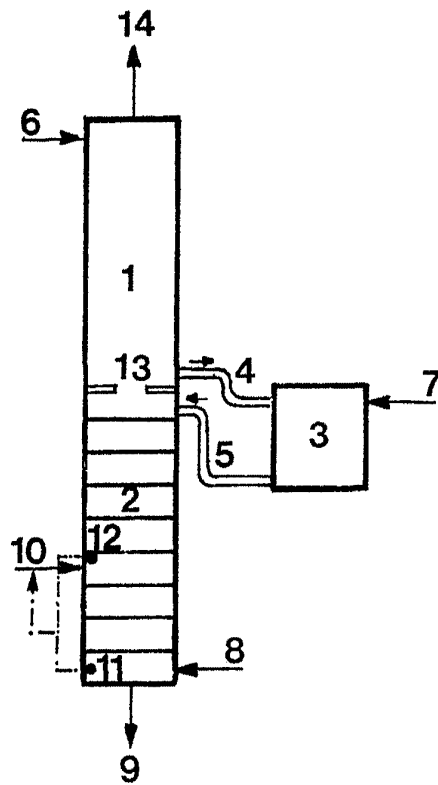
Madrid,

- 8 NOV. 1975

P.A.

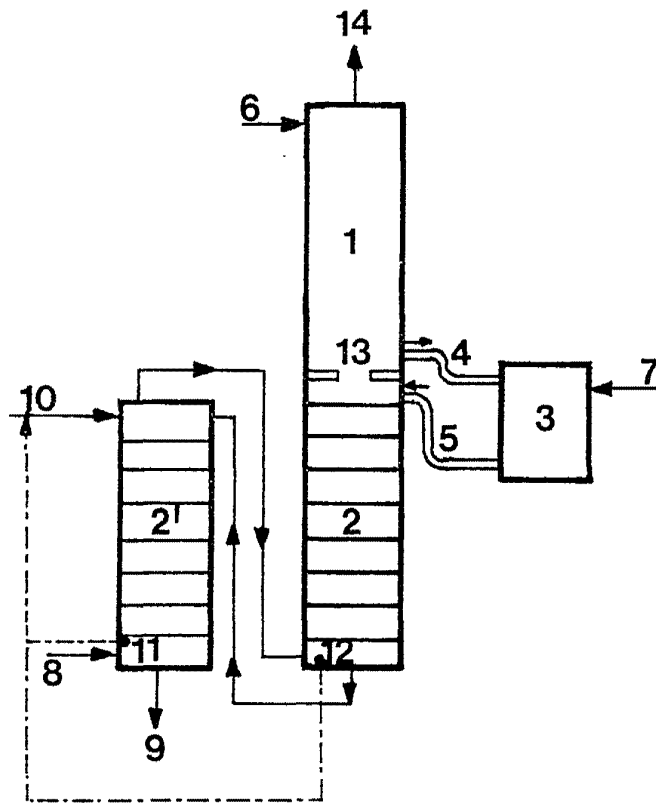
Oscar de Elizaburu  
For Pacer.

FIG 1



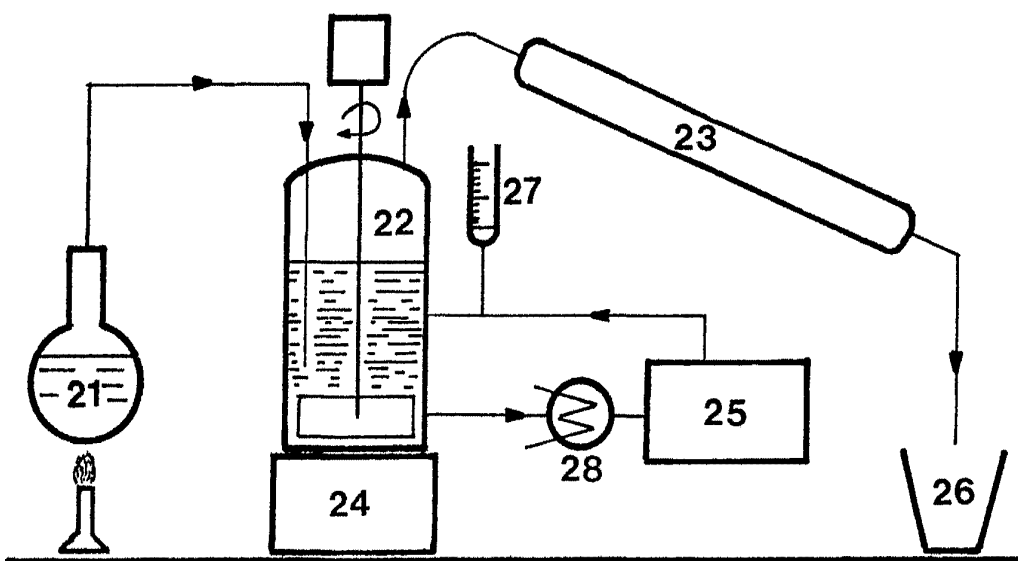
Oscar de Elizabeth  
Per Madrid

FIG 2



Oscar de Elizaburu  
Por Poder.

FIG 3



Oscar de Fitzgibbon  
Per Itol.