



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 364 569**

51 Int. Cl.:
G01N 33/18 (2006.01)
C02F 1/00 (2006.01)
C02F 103/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05782854 .3**
96 Fecha de presentación : **25.08.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1797422**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.06.2007**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para producir líquidos de lavado acuosos mediante el reciclaje de líquidos de lavado utilizados.**

30 Prioridad: **28.09.2004 DE 10 2004 047 433**
29.10.2004 DE 20 2004 016 890 U

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
07.09.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
07.09.2011

73 Titular/es: **Didda Janina Marina Baumann**
Oberer Lerchberg 15
37293 Herleshausen, DE

72 Inventor/es: **Baumann, Didda Maria Janina y**
Baumann, Walter

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 364 569 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para producir líquidos de lavado acuosos mediante el reciclaje de líquidos de lavado utilizados

5 La presente invención se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para la producción de líquidos de lavado acuosos de enjuague para el lavado de instalaciones de pintura para pinturas a base de agua, mediante el reciclaje de los líquidos de lavado utilizados. Para ello, en el material reciclado obtenido y en sus fracciones generadas durante el proceso de reciclaje, se examina regularmente la presencia de contaminaciones incompatibles con la pintura. El resultado del examen se utiliza directamente para el control del proceso.

10 El material reciclado obtenido previsto para su reutilización, se puede mantener de este modo exento de impurezas, que interfieren con la compatibilidad de la pintura de los materiales reciclados recuperados. Con la ayuda de los controles de pureza rápidos y certeros de acuerdo con la invención, se puede ajustar de forma óptima la planta de reciclaje y durante la operación se puede controlar continuamente y ajustar automáticamente para una optimización del proceso.

15 Como ejemplo de la importancia técnica y económica de los líquidos de lavado acuosos abordados en esta memoria, se puede mencionar la industria automotriz y sus proveedores. Aquí se emplean ya a gran escala y cada vez más, las pinturas acuosas. Debido a la creciente diversidad de variedades de colores ofrecidos en el mercado de la automoción, las instalaciones de pintura de los fabricantes de vehículos tienen que cambiar de un color a otro, en intervalos cada vez más cortos. Para ello, antes de cada cambio de color, todas las partes afectadas por el cambio de color de los tubos de conducción y las campanas (dispositivo distribuidor de la dispersión) en la línea de pintura automática, se lavan con un líquido de lavado acuoso. Pero aun sin un cambio de color, los sistemas de pintura se tienen que lavar en un ciclo determinado, con el líquido de lavado, para asegurar de forma permanente la elevada calidad requerida de las superficies pintadas de la carrocería.

20 Las instalaciones modernas de pintura de la industria del automóvil consumen un promedio de aproximadamente 4 litros de líquido de lavado por cada carrocería pintada. El líquido de lavado utilizado acumulado después del lavado en la instalación de pintura, se recoge por separado. Puede contener hasta aproximadamente un 40% en peso de pintura.

El líquido de lavado de nuevo aporte se compone generalmente de agua desmineralizada (agua DI), a la que se añade generalmente entre aproximadamente 10% en peso y aproximadamente 30% en peso de disolventes orgánicos y, frecuentemente, ciertos tensioactivos en pequeñas cantidades.

30 Este líquido de lavado tiene que eliminar en el lavado la pintura de las tuberías y de las campanas (distribuidor de la dispersión) lo más completamente posible, tanto en estado fresco como en estado algo seco. Ya que al final del lavado quedan restos del líquido de lavado en las tuberías, que al volver a pintar se mezclan con la pintura y de este modo llegan a la superficie de la carrocería, el líquido de lavado no puede influir negativamente de ningún modo sobre la calidad y la apariencia de la pintura, que tiene unos requerimientos muy elevados.

35 Se conoce que durante el proceso de pintado se pueden producir imperfecciones en la superficie debido a heterogeneidades locales de la tensión superficial o a la humectación de la pintura todavía líquida, que durante la solidificación de la capa de pintura conducen a daños visibles en la superficie. Un fenómeno típico es la formación de cráteres sobre la superficie de la pintura, que tienen como consecuencia que no se alcanza la calidad óptica requerida de la carrocería y la carrocería se tiene que retocar de forma costosa o se tiene que rechazar debido a los defectos. Tales defectos visibles en la superficie pueden causar un gran daño en la producción en serie.

40 Entre las sustancias que pueden causar estos efectos, pertenecen, por ejemplo, las de los grupos de sustancias grasas, aceites, hidrocarburos, siliconas, plastificantes y otras. Estas pueden estar presentes en el sustrato o se pueden aplicar con la pintura con una distribución desigual o una dosis equivocada. Los cráteres también pueden surgir cuando la capa de pintura aplicada está contaminada por partículas con baja tensión superficial del aire. Las contaminaciones nocivas también se pueden transferir, por ejemplo, por la niebla de pulverización propia o ajena.

También es bien sabido que las pinturas a base de agua son más sensibles con respecto a los defectos mencionados que las pinturas a base de disolvente utilizadas anteriormente. Las sustancias contaminantes ya con impurezas en el rango de ppm, pueden producir defectos intolerables en la pintura.

50 Cualquiera de las pinturas a base de agua que se consideran en esta memoria, contiene para la optimización de la adherencia al sustrato, de los daños visibles, de la formación de espuma, etc., unos disolventes y aditivos que además de otras propiedades, también influyen deliberadamente sobre la viscosidad y la tensión superficial durante el proceso de formación de la película, pero que en caso de una dosificación equivocada o en caso de una distribución que no sea suficientemente homogénea, pueden provocar los daños en la superficie, mencionados anteriormente, de la película de pintura en formación.

55 Con la pintura, estas sustancias acceden durante el lavado de la instalación de pintura, en el líquido de lavado utilizado que se tiene que tratar para la reutilización en la instalación de pintura. El proceso de reciclaje tiene que asegurar por todos los medios que se detecten estas sustancias nocivas, se aislen y se separen.

Un líquido de lavado contaminado de ese modo, puede causar daños en la superficie, tales como los cráteres.

A un proceso de reciclaje de líquidos de lavado utilizados para pinturas a base de agua, se exigen los siguientes requisitos:

5 - Los disolventes orgánicos aportados con el líquido de lavado de nuevo aporte utilizado originalmente, se tienen que poder recuperar en gran medida para su reutilización.

- El agua procedente del líquido de lavado utilizado que contiene pintura, se tiene que recuperar en gran medida para la reutilización, ya que la eliminación ecológica es costosa debido al disolvente residual.

10 - Los ingredientes de la pintura que contiene el líquido de lavado utilizado, tales como aglutinantes, pigmentos, pero también disolventes y aditivos diversos, se tienen que separar en el mayor grado posible y eliminar porque estas sustancias se acumulan sistemáticamente en el material reciclado durante el reciclaje múltiple.

Esta acumulación es particularmente nociva porque, entre los disolventes y aditivos procedentes de la pintura, también se encuentran sustancias que ya con la adición de una cantidad mínima, alteran de forma susceptible la compatibilidad de la pintura del material reciclado, y por lo tanto pueden volver inservible el material reciclado.

15 Un factor que complica el reciclaje de los líquidos de lavado utilizados, es que por regla general, ni el gestor de la instalación de pintura, ni la persona que realiza el reciclaje del líquido de lavado utilizado, conocen la formulación exacta de las pinturas, ya que el fabricante de la pintura no la publica y no se conoce la identidad exacta de los ingredientes. Esto es especialmente crítico en el caso de los aditivos contenidos en pequeñas cantidades, porque estos pueden cambiar a corto plazo. Además, en una fábrica de automóviles, por ejemplo, se emplean pinturas procedentes de distintos fabricantes en las mismas instalaciones de pintura y la fábrica de automóviles emplea en general, por razones operativas, solo un tipo de líquido de lavado para varias instalaciones de pintura a base de agua.

20 Los disolventes y aditivos que alteran la compatibilidad de la pintura, utilizados con la pintura en pequeñas cantidades en el líquido de lavado, de los cuales se desconoce su composición material exacta, tienen que ser reconocidos en el reciclaje para que se puedan separar y descartar. Sólo entonces se puede garantizar la calidad del material reciclado.

25 La presencia de disolventes y aditivos contaminantes, es decir, aquellos que alteran la compatibilidad de la pintura, se determina con una prueba en un líquido de lavado, de acuerdo con el estado de la técnica, en la que una muestra de pintura seleccionada se mezcla con una cierta cantidad, por lo general 5% en peso de líquido de lavado. Con esta mezcla, se pinta con un panel de muestra y después del secado, se comprueba ópticamente la calidad de la superficie pintada.

30 Este procedimiento de examen, no es adecuado para un control operativo en curso debido al tiempo requerido. Además, el resultado del examen, debido a la pequeña superficie examinada, suele ser demasiado inexacto para transferirlo a los requisitos de calidad de una carrocería.

35 Un examen químico-analítico de los ingredientes del líquido de lavado, por ejemplo, mediante cromatografía de gases, solo es útil para una vigilancia industrial si se pueden buscar sustancias conocidas previamente. Pero en general, no se sabe con anterioridad qué sustancias concretas hay que buscar.

40 Debido a los problemas enumerados y en el estado de la técnica actual, el reciclaje de líquidos de lavado utilizados procedentes de industrias de pintura a base de agua y la reutilización del material reciclado en una planta de pintura, están asociados con riesgos considerables para la calidad. Por lo tanto, los líquidos de lavado utilizados, en la mayoría de los casos en la actualidad, se eliminan respetando el medio ambiente con unos costes considerables, o se añaden para equilibrar el suministro de agua en el sistema de circulación de agua de las cabinas de pintura. Esta vía conduce a la emisión a la atmósfera del disolvente orgánico contenido en el líquido de lavado.

En ambos casos, los disolventes orgánicos contenidos en el líquido de lavado de nuevo aporte se pierden y se tienen que reemplazar por material nuevo.

45 Por lo tanto, la manipulación convencional actual no es realmente satisfactoria en la mayoría de los casos en cuanto a la economía, al medio ambiente y al cuidado de recursos.

50 Un procedimiento para la preparación de líquidos de lavado acuosos para el lavado de instalaciones de pintura para pintura a base de agua, mediante el reciclaje de los líquidos de lavado utilizados y la vigilancia del material reciclado en busca de contaminaciones nocivas a través de sustancias acompañantes incompatibles con la pintura, se conoce por el documento de patente JP 2002 079263 A (Hakuto KK). El documento de patente JP-2002 079263 describe el preámbulo de la reivindicación 1 o de la reivindicación 11.

El objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento y un dispositivo con los que se puede determinar rápido y de forma precisa, si un material reciclado o en una de sus fracciones, que se producen durante el proceso de reciclaje, contiene contaminantes, que interfieren con la compatibilidad de la pintura.

Con la ayuda de la detección rápida de contaminantes nocivos, aunque no sea necesario conocer de qué sustancia

concreta se trata, al comenzar el proceso de reciclaje, se puede establecer la posición apropiada de los cortes de separación y después corregirlos durante el funcionamiento. Los cortes de separación se establecen de manera que los contaminantes se clasifican de forma selectiva en fracciones específicas que a su vez contienen la menor cantidad posible de sustancias valiosas y reciclables. A continuación, estas fracciones se continúan tratando o se descartan, desde el punto de vista económico.

Con una vigilancia permanente de las fracciones generadas en el reciclaje del líquido de lavado, el procedimiento de detección de acuerdo con la invención puede intervenir de forma correctora automáticamente en el proceso. En primer lugar, se bloquea automáticamente la entrada de la partida contaminada en el tanque limpio. Además, puede tener lugar una señalización y activar una corrección de la regulación del proceso. De este modo se excluye una entrada de elementos que no tengan una calidad estándar.

El proceso de reciclaje de líquidos de lavado utilizados por sí mismo, es un proceso de separación de acuerdo con el estado de la técnica, mediante destilación, procedimientos de membrana y otros procedimientos, con una configuración y combinación adecuadas. El tipo y la cantidad de contaminantes nocivos en el líquido de lavado utilizado, empleado, no se conocen en un principio y además pueden cambiar rápidamente. Con la ayuda del procedimiento de acuerdo con la invención, descrito a continuación, y el dispositivo de acuerdo con la invención, se puede determinar durante el reciclaje, si el material reciclado o una de las fracciones extraídas en el proceso, contiene contaminantes nocivos o no.

Con este examen, los parámetros de funcionamiento para ajustar los cortes de separación en el reciclaje, tales como la temperatura, se pueden ajustar de modo que durante el reciclaje, las fracciones estén exentas de contaminantes y se puedan utilizar de este modo en el material reciclado. Las sustancias contaminantes se pueden concentrar selectivamente en ciertas fracciones, y descartarlas con ellas.

Una aparición repentina e inesperada de contaminantes en una fracción debido a los cambios en la materia prima, se puede detectar inmediatamente con el examen automatizado continuo con ayuda del dispositivo y del procedimiento de esta invención y desviar automáticamente el producto contaminado. De este modo se garantiza la calidad del material reciclado obtenido en la explotación continua.

La presente invención cumple estos objetivos.

Sorprendentemente, se ha encontrado que estas sustancias que obstaculizan la compatibilidad de la pintura en el líquido de lavado, tienen la propiedad de producir una turbidez manifiesta, incluso en concentraciones muy bajas en el líquido analizado, cuando el contenido en agua de la mezcla alcanza un valor determinado o lo supera. Esto también se aplica a las fracciones de material reciclado, que se producen durante el proceso de reciclaje, y a partir de las cuales se compone posteriormente el material reciclado.

Se encontró que un material reciclado claro, incoloro o unas fracciones claras e incoloras procedentes del proceso de reciclaje, no muestran turbidez siempre cuando se mezclan por adición de agua desmineralizada hasta tener un contenido final en agua de 95% en peso, siempre que estuvieran exentas de contaminaciones incompatibles con la pintura. El examen descrito de compatibilidad de la pintura, en la actualidad convencional, mediante la pintura de paneles de ensayo, no mostraba ningún daño en la superficie de la capa de pintura. También se observó que el material reciclado o las fracciones con un contenido en agua del 95% en peso, no mostraban turbidez, también se mostraban siempre claras con un contenido en agua superior y en la prueba de compatibilidad de la pintura, no mostraban ningún daño en la superficie. Esto muestra que están realmente exentas de contaminantes.

Por lo tanto para un examen exhaustivo de acuerdo con la presente invención, es suficiente añadir tanta agua desmineralizada a una muestra de material reciclado o a una fracción que en estado original es clara e incolora, para examinar la presencia de contaminantes incompatibles con la pintura, de modo que en la mezcla del análisis se alcance un contenido en agua del 95% en peso. Una adición suplementaria de agua no proporcionaría más información.

Muestras de material reciclado o de fracciones que en el estado inicial eran claras e incoloras y que durante una adición por lotes de agua desmineralizada, se vuelven turbias con el contenido en agua en aumento del líquido de la muestra entre el valor de partida y 95% en peso, mostraban en el examen de compatibilidad de la pintura, mediante la pintura de paneles para el examen, diferentes alteraciones muy visibles de la superficie pintada (formación de cráteres)

También se observó que el material reciclado o sus fracciones que durante el reciclaje estaban en estado turbio, se siguen quedando turbias con una adición suplementaria de agua y estas muestras del producto muestran incompatibilidades de la pintura diferentes ostensibles en el examen de compatibilidad de la pintura.

Exámenes comparativos mostraron que para el examen descrito para estudiar la presencia de contaminaciones incompatibles con la pintura, en lugar de agua desmineralizada también se podía utilizar agua corriente, con la calidad local de agua potable, sin que los resultados difirieran de forma marcada. Puesto que tal intercambio se debe cuantificar en cada caso por las diferentes calidades de agua, los datos numéricos presentados en esta memoria se refieren siempre al agua DI (agua desmineralizada). La invención presentada en esta memoria funciona según los resultados presentes, con agua DI y también con agua de una calidad común de agua potable. La dosificación exac-

ta de cada examen se tiene que adaptar a su vez con ayuda de exámenes comparativos.

Además se observó que los productos reciclados o sus fracciones, con un contenido de agua inicial de $\geq 85\%$ en peso, eran claros y transparentes, y con una adición de agua hasta alcanzar un contenido final de 93% en peso de agua, no mostraban turbidez, incluso con una nueva adición de agua se mantenían claros y no tenían contaminaciones incompatibles con la pintura. Para el examen funcional, esto significa una relación en masa del fluido de lavado y el agua DI añadida para el examen de 1:1.

El material reciclado o sus fracciones, que con un contenido inicial en agua entre 60% en peso y 85% en peso, son claros e incoloros y con una adición de agua hasta alcanzar un contenido final de agua de 87% en peso no muestran turbidez, estaban exentos de contaminaciones nocivas. Esto significa una mezcla de líquido de lavado y de agua DI añadida para el examen, en una relación en masa promedio de 1:2.

El material reciclado o sus fracciones, que con un contenido inicial en agua entre 60% en peso y 40% en peso, son claros e incoloros y con una adición de agua hasta alcanzar un contenido final de agua de 85% en peso no muestran turbidez, estaban exentos de contaminaciones nocivas. Esto significa una mezcla de líquido de lavado y de agua DI añadida para el examen, en una relación en masa promedio de 1:3.

El material reciclado o sus fracciones, que con un contenido inicial en agua $<40\%$ en peso, son claros e incoloros y con una adición de agua hasta alcanzar un contenido final en agua de 80% en peso, no muestran turbidez, estaban exentos de contaminaciones nocivas. Esto significa una mezcla de líquido de lavado y de agua DI añadida para el examen, en una relación en masa promedio de 1:4.

Con estos valores de referencia, se puede determinar para la supervisión operativa en funcionamiento, la cantidad de agua que se añade a la muestra reciclada. Es necesario calcular mediante una determinación sencilla del agua, un valor de referencia aproximado del contenido en agua del líquido de lavado que se va a analizar. Esta propuesta muestra claramente la ventaja de la presente invención para dirigir el proceso de reciclaje. No es necesaria una analítica exacta que requiere mucho tiempo.

El dispositivo para la detección de acuerdo con la invención de contaminaciones incompatibles con la pintura, en un líquido de lavado, se muestra en la Fig. 1 para una realización seleccionada a modo de ejemplo, con tres bombas dosificadoras para tres fracciones de material reciclado y con una bomba dosificadora para el agua DI, que se añade para el análisis.

En el dispositivo de acuerdo con la invención, el líquido de lavado y el agua DI se entregan a través de bombas dosificadoras, cada una con una cantidad entregada preestablecida, se mezclan y se examina la turbidez con un sensor de la turbidez disponible en el mercado. La señal de medición del sensor de turbidez se muestra y se puede utilizar directamente para el control del proceso. De este modo, se pueden detectar de forma rápida y fiable las contaminaciones incompatibles con la pintura, sin que sea necesario determinar de qué sustancias particulares se trata exactamente.

La sustancia que se va a analizar (B) (C) y (D), que es por ejemplo respectivamente una fracción individual de material reciclado procedente del proceso de reciclaje o también material reciclado finalizado, se conduce de forma controlada por un programa, con la cantidad preestablecida respectivamente, a través de la bomba dosificadora (F) (G) y (H) en el mezclador (I). A continuación, la bomba dosificadora (E) conduce automáticamente la cantidad de agua DI establecida (A) en el mezclador (I). Después de una breve mezcla en el agitador, se abre la válvula (K) y el material de la muestra fluye en la sección de medición (L) del turbidímetro. Después de medir la turbidez con el sensor (M), se abre la válvula (N) y la sustancia de la muestra fluye hacia el colector (O). Ahí se recoge la sustancia de la muestra utilizada y se devuelve en intervalos al tanque de recogida (1), según el proceso de acuerdo con la Fig. 2, o bien al tanque de recogida (18) en el proceso de acuerdo con la Fig. 3.

En relación con la forma de proceder en el procedimiento descrito más adelante a modo de ejemplo, de acuerdo con la Fig. 2, la sustancia de la muestra (B) se corresponde con la primera fracción de la destilación en el tanque (9), la sustancia de la muestra (C) se corresponde con la segunda fracción de la destilación en el tanque (13) y la sustancia de la muestra (D) se corresponde con la última fracción en el tanque (15). (A) designa el agua DI añadida para el examen. El dispositivo completo de acuerdo con la invención (35) se muestra en la Fig. 2 y en la Fig. 3 sin mostrar detalles.

Basándose en la forma de proceder en el procedimiento descrito a modo de ejemplo los ejemplos, de acuerdo con la Fig. 3, la sustancia de la muestra (B) se corresponde con la primera fracción de la destilación en el tanque (26), la sustancia de la muestra (C) se corresponde con la fracción de permeación en el tanque (33).

El líquido de lavado de nuevo aporte por lo general consiste en una mezcla de distintos disolventes orgánicos solubles en agua y agua DI. El contenido en disolvente por lo general oscila entre 10% en peso y 30% en peso. Hoy en día, como disolvente se emplea n-propanol, butoxietanol, etanol, butanol, dimetiletanolamina y otros. Las proporciones de mezcla de los disolventes son muy diferentes entre sí. Así se encuentra, por ejemplo, en relación con el contenido en disolvente del líquido de lavado, partes de butoxietanol entre 100% en peso y 25% en peso, de n-propanol entre 0% en peso y 65% en peso, y de n-butanol entre 0% en peso y 16% en peso.

Después del uso, el líquido de lavado recogido contiene, además de los componentes antes mencionados del líquido de lavado de nuevo aporte, entre aproximadamente 15% en peso y 40% en peso de pintura, arrastrada desde los conductos de la instalación de pintura. La pintura por su parte contiene en general, aproximadamente desde 20% en peso hasta 50% en peso de sólidos (pigmentos, aditivos, adherentes), así como agua y una amplia gama de disolventes orgánicos y aditivos, tales como butoxietanol, hexoxietanol, N-metil-pirrolidona, butanol, diferentes hidrocarburos, siliconas, tensioactivos y otros.

En el reciclaje del líquido de lavado utilizado se tiene que recuperar en el mayor grado posible, por una parte, los disolventes procedentes del líquido de lavado de nuevo aporte, tales como n-propanol, butoxietanol, dimetiletanolamina, así como el butoxietanol procedente de la pintura. Por otro lado, los disolventes menos volátiles y los aditivos procedentes de la pintura se tienen que separar y eliminar, ya que se acumularían al repetir el reciclaje, y porque en este grupo de sustancias también se encuentran sustancias que perjudican la compatibilidad de la pintura y por ello vuelven inutilizable el material reciclado y constituirán el nuevo líquido de lavado reciclado, a través del reciclaje del líquido de lavado utilizado.

Para la necesaria separación de sustancias para el reciclaje de los líquidos de lavado utilizados, los procedimientos de destilación y los procedimientos con membrana o combinaciones de ambos, son adecuados en particular según el estado de la técnica.

De forma consciente no se considera ningún procedimiento en el cual se añadan excipientes a la materia prima, porque siempre existe el riesgo de que queden residuos de los excipientes en el material reciclado y que pueden influir negativamente sobre su compatibilidad con la pintura. Por ello, en esta memoria no se van a considerar procedimientos tales como la extracción líquido-líquido o la destilación con excipientes

En general, durante el empleo del procedimiento de destilación para el reciclaje de líquidos de lavado acuosos, hay que considerar que estos líquidos de lavado contienen siempre una alta proporción de agua y que la mayoría de los disolventes y los aditivos contenidos forman mezclas azeotrópicas con el agua. Sus puntos de ebullición son muy próximos y en general están en un rango estrecho por debajo del punto de ebullición del agua. Por lo tanto, es necesario un procedimiento de destilación con una selectividad elevada, especialmente para aquellas sustancias que están incluidas con sólo una pequeña proporción de partes por mil, o incluso menor, como son por regla general las contaminaciones nocivas.

Durante el reciclaje, el líquido de lavado utilizado en primer lugar, siempre se descompone en fracciones, que se cortan de modo que por un lado se separan las sustancias que se tienen que reciclar y por otro lado las que se tienen que separar y eliminar, contenidas con la mayor concentración posible. Las primeras fracciones mencionadas se utilizan en el material reciclado, las últimas mencionadas se procesan en otra etapa de separación adicional según el grado de concentración o se desechan si tienen un contenido reducido en sustancias útiles.

Un problema especial en el reciclaje por destilación de líquidos de lavado utilizados acuosos son los numerosos componentes incluidos en la pintura que cambian continuamente y que no se conocen previamente de forma individual. La pintura contiene para el reciclaje tanto sustancias valiosas como nocivas que debido a sus propiedades azeotrópicas, tienen una influencia recíproca sobre los puntos de ebullición resultantes. Por eso no se puede predecir con fiabilidad en qué fracciones se acumulan las sustancias nocivas y en cuál las valiosas y poder concentrarlas. En este caso, la invención proporciona la posibilidad de comprobar de forma sencilla y rápida con ciertos ajustes de las muestras, los cortes de ebullición producidos respectivamente de forma empírica sobre contaminaciones incompatibles con la pintura y desplazar sistemáticamente los cortes de ebullición de las fracciones de tal modo, que se obtengan fracciones no contaminadas para la reutilización y fracciones contaminadas para el reciclaje o para eliminarlas. Para ello, las fracciones previstas para la reutilización no tienen que tener contaminaciones incompatibles con la pintura. Las fracciones contaminadas previstas que se van a eliminar, tienen que contener la menor cantidad posible de sustancias valiosas reutilizables.

A continuación se muestran a modo de ejemplo dos posibilidades de cómo la presente invención se puede aprovechar industrialmente de forma ventajosa.

Un procedimiento de reciclaje especialmente ventajoso en relación con los requisitos mencionados anteriormente, surge de la combinación de la presente invención con el procedimiento de destilación continua al vacío con condensación fraccionada, de acuerdo con los documentos EP 0812233 B1 y la patente de EE.UU. 6.117.275, en una realización con dos o varias etapas de condensación reguladas y una etapa de condensación no regulada, tal y como se muestra esquemáticamente a continuación a modo de ejemplo en la Fig. 2, para la configuración con dos etapas de condensación reguladas y una etapa de condensación no regulada.

El líquido de lavado utilizado fluye desde el tanque de almacenamiento (1) hasta el evaporador continuo (2). El calentamiento del evaporador, tal y como se muestra en esta memoria a modo de ejemplo, puede tener lugar a través un circuito recolector con bomba ajustable (4) y el intercambiador de calor calentado (3). El nivel de llenado en el evaporador (2) se mantiene constante con un interruptor del nivel de llenado. En cada caso, se alimentará con la misma cantidad de líquido de lavado utilizado en el evaporador, como la cantidad evaporada en el intervalo de tiempo considerado. Periódicamente, el producto circundante del circuito recolector, si se ha acumulado hasta aproximadamente un 30% de contenido en sólidos (residuo de la destilación), se conduce de forma automática, utilizando una

bomba de circulación (4), al tanque de residuos (5). Para ello, en el sistema de evaporación descrito, se tiene que asegurar que el residuo concentrado se mantiene en estado fluido.

En lugar del uso del sistema de evaporador presentado, también es posible el uso de otros sistemas tales como un evaporador de película fina, un evaporador de corriente descendente o un evaporador de placas.

- 5 El sistema de destilación mostrado puede operar facultativamente a presión atmosférica o al vacío, por ejemplo, cuando están incluidos en el sistema de combustible componentes sensibles a la temperatura.

Los componentes que no se pueden evaporar del líquido de lavado utilizado, tales como pigmentos, aditivos y adherentes, que se agrupan bajo el término "sólidos", así como sustancias de alto punto de ebullición que no forman azeótropos de ebullición mínima con agua o entre sí, se acumulan en el circuito del evaporador, se retiran de forma periódica automáticamente y se eliminan o bien se recuperan de forma sustancial o térmica.

Todas las sustancias que salen del evaporador (2) en forma de vapor, se dirigen al primer condensador (6). Estos componentes volátiles, contienen además del agua, el disolvente contenido en el líquido de lavado utilizado y los aditivos volátiles de las condiciones de evaporación respectivas. El condensador (6) está equipado con un circuito de refrigeración cerrado y regulado, que consiste en la bomba de circulación regulada (7) y el refrigerador (8). El punto de ebullición del material condensado resultante se ajusta por la temperatura regulada del líquido refrigerante en la entrada al condensador (6) y por la cantidad entregada por la bomba de circulación (7), que determina la temperatura del refrigerante a la salida del condensador (6). La temperatura de salida del componente con el punto de ebullición mínimo en forma volátil, en el cabezal del condensador (6) y la temperatura de salida del material condensado líquido en el pie del condensador, se establecen de esta manera de forma independiente. Este sistema permite la condensación de los cortes de ebullición precisos.

En el primer condensador (6) la fracción con el mayor intervalo de ebullición, se condensa. Esta primera fracción se recoge en el recipiente intermedio (9) y se examina a intervalos fijos de tiempo de forma automática con la ayuda del dispositivo (35) de acuerdo con la invención, la presencia de contaminantes nocivos. Sólo después de este examen, el contenido del recipiente (9), cuando está exento de contaminación, se conduce al tanque limpio (17). Si está contaminado, el dispositivo (35) activa automáticamente el camino de regreso hacia el tanque de almacenamiento (1). A partir de ahí, el producto se somete varias veces al reciclaje. Para ello, de forma manual o mediante la intervención directa del sensor de turbidez en el control del proceso, se cambia la posición del corte de separación de la condensación fraccionada hasta que se obtiene un producto no contaminado. Las sustancias contaminantes, lo más concentradas posibles en una fracción prevista para ello, se dirigen al recipiente (36). Desde ahí, se vuelven a reciclar, dependiendo de los ingredientes o bien se recuperan de forma sustancial o térmicamente o se eliminan.

De este modo, se asegura que, durante el funcionamiento de la planta, se adviertan los cambios nocivos en la composición del material destilado, debido a un cambio en la composición del material de alimentación. El producto contaminado se devuelve automáticamente para realizar una destilación adicional, sin contaminar el contenido del tanque limpio (17).

Los componentes con una temperatura de condensación más baja salen del condensador (6) en forma de vapor y son conducidos hacia el segundo condensador (10). Su sistema dispone un circuito de refrigeración cerrado y regulado con una bomba de circulación regulable (11) y un refrigerador (12) con la misma estructura que la del condensador (6). En el condensador (10), se condensa la segunda fracción. Su temperatura de condensación es inferior a la de la primera fracción procedente del condensador (6). El punto de ebullición de la segunda fracción se ajusta con la temperatura regulada del refrigerante, a la entrada del condensador (10) y con la cantidad entregada por la bomba de circulación (11). La segunda fracción, es decir, el material condensado del condensador (10), se dirige al recipiente intermedio (13).

Como la primera fracción, también de la segunda fracción se toman muestras automáticamente por el procedimiento de acuerdo con la invención y el dispositivo (35) y se examina en busca de contaminación. Si el contenido del recipiente (13) está exento de contaminaciones, el material destilado se dirige al tanque limpio (17). Si el contenido está contaminado, el producto vuelve al depósito de almacenamiento (1) y se trata de nuevo con unos ajustes modificados. Después de la mejora de los ajustes, se obtiene una fracción de la destilación para reutilizar, que se dirige al tanque limpio (17), o bien una fracción de la destilación en la que se han acumulado los contaminantes y que se dirige al recipiente (36), desde donde se recicla o se retira.

Los productos con un punto de ebullición mínimo que no se han condensado en el condensador (10), salen del condensador y fluyen hasta el condensador final (14), en el que todos los vapores condensables restantes se condensan a baja temperatura y se dirigen al recipiente intermedio (15). Allí, se toma una muestra y se analiza el material condensado a través del dispositivo (35) de acuerdo con la invención, de la misma manera automática que se ha descrito para las fracciones de los recipientes (9) y (13). Si la tercera fracción en el recipiente (15) está exenta de contaminación, el turbidímetro desbloquea el camino hacia el tanque limpio (17). Si la fracción está contaminada, el producto vuelve al tanque de almacenamiento (1). Como parte de la optimización global, se procederá tal y como ya se ha descrito.

En el tanque limpio (17) se recogen durante un período de tiempo determinado, las fracciones que con toda seguridad están exentas de contaminantes. El producto recogido se analiza a continuación, por ejemplo, mediante cromatografía.

tografía de gases, para estudiar su composición exacta con respecto a los componentes especificados del líquido de lavado de nuevo aporte. Mediante la adición de los componentes que faltan o la dilución con agua DI, se ajusta la composición final deseada y se permite el uso del producto terminado en la instalación de pintura.

5 El procedimiento de reciclaje presentado para líquidos de lavado acuosos, que se compone de la combinación del procedimiento y del dispositivo de la presente invención para el reconocimiento de contaminaciones incompatibles con la pintura y un procedimiento de separación adecuado para las sustancias implicadas respectivamente, se puede adaptar a las propiedades de las sustancias implicadas, en relación con su disposición, sin que cambie la interacción entre el reconocimiento de acuerdo con la invención de las contaminaciones y el procedimiento de separación mismo. Esto se describe a continuación en el ejemplo de combinación especialmente más ventajosa, con una destilación continua con una condensación fraccionada de acuerdo con los documentos de patentes EP 0812233 B1 y US 6.117.275.

10 El proceso mostrado en la Fig. 2 consiste en esta realización ejemplar con dos etapas de condensación reguladas y una etapa de condensación sin regular. Dependiendo del número y del tipo de sustancias encontradas en el líquido de lavado utilizado, puede ser útil para optimizar el resultado de la separación, establecer tres o más etapas de condensación regulada y una etapa de condensación sin regular. La toma de muestras y el análisis del material destilado de la tercera etapa de condensación o de una etapa posterior, tiene lugar del mismo modo que en las etapas de condensación 1 (6) y 2 (10).

15 Si el líquido de lavado utilizado para el reciclaje contiene cierto disolvente principal cuyas propiedades hacen que no sea posible una separación destilativa satisfactoria de determinadas contaminaciones nocivas, incompatibles con la pintura, se pueden reemplazar, p. ej., una o varias etapas de condensación por etapas de filtro de membrana adecuadas. Una disposición tal ejemplar se muestra en la Fig. 3. El procedimiento de separación consiste en esta memoria en una destilación continua con condensación fraccionada según los documentos de patentes EP 0812233 B1 y US 6.117.275, en una disposición con evaporador, una etapa de condensación regulada y una etapa final de condensación no regulada, estando la etapa de condensación aguas abajo de un sistema de separación por membrana que, en este ejemplo, separa el disolvente que se va a recuperar según el peso molecular, del material nocivo asociado.

20 El proceso de reciclaje según la Fig. 3 se corresponde a la primera parte del proceso según la Fig. 2. El evaporador (19) en la Fig. 3 se corresponde con el evaporador (2) en la Fig. 2, la primera etapa de condensación regulada con el condensador (23) en la Fig. 3 se corresponde con la primera etapa de condensación regulada con el condensador (6) en la Fig. 2, el condensador final (27) en la Fig. 3 se corresponde con el condensador final (14) en la Fig. 2. En lugar de la segunda etapa de condensación regulada con el condensador (10) en la Fig. 2, en la Fig. 3 aparece una etapa de separación con procedimiento de membrana (31/32), que se localiza después del condensador final.

25 Tal y como muestra la Fig. 3, el líquido de lavado utilizado fluye desde el tanque de almacenamiento (18) hacia el evaporador (19), que a través del circuito recolector, que consta de la bomba de circulación regulable (21) y el calentador (20), se calienta. La parte no volátil (sólida) del líquido de lavado utilizado se acumula de tal modo que el residuo sigue siendo fluido. Tal y como se describe en el procedimiento de la Fig. 2, se extrae automáticamente a intervalos a través del recipiente de recogida (22) con bloqueo. También para el proceso de acuerdo con la Fig. 3, se puede utilizar, como en el proceso de acuerdo con la Fig. 2, otro sistema de evaporador, tal como un evaporador de película fina, un evaporador de corriente descendente o un evaporador de placas.

30 La mezcla de vapores procedente del evaporador (19) se dirige al condensador (23), la cual se enfría con ayuda de un circuito cerrado de refrigeración. Con el ajuste de la temperatura deseada del agente refrigerante circulante en el refrigerador (25) y la fijación de la cantidad de refrigerante que circula en la bomba regulable (24), se regulan por separado las temperaturas en el cabezal del condensador (23) (salida del componente con punto de ebullición mínimo) y en el pie del destilador (23) (salida del producto de la destilación), de modo que en el tanque recolector (26) se obtiene una fracción con un corte preciso. La fracción de punto de ebullición mínimo que no se ha condensado, sale del condensador (23), por su cabezal, se condensa entonces completamente en el condensador final (27) y se recoge en el tanque recolector (28). Se realiza la toma de muestras y el análisis de las respectivas fracciones de la destilación para estudiar la presencia de contaminaciones incompatibles con la pintura en los tanques (26) o (28), mediante el procedimiento y el dispositivo (35) de acuerdo con la presente invención, del mismo modo que como se ha descrito para el proceso de la Fig. 2.

35 Cuando las contaminaciones nocivas, como las que se han encontrado siempre hasta ahora para los líquidos de lavado utilizados, se acumulan mediante la formación de azeótropos elevados de punto de ebullición mínimo, con agua y los disolventes presentes en las condensaciones fraccionadas, especialmente en la última, es decir, cambiar en la fracción con el mínimo punto de ebullición, se puede obtener sin contaminaciones la fracción con el máximo punto de ebullición, mediante la elección adecuada de las temperaturas límites. En ese caso, se cambia sistemáticamente el ajuste de la temperatura de condensación en el condensador (23) de la Fig. 3, hasta que el material destilado en el recipiente (26), se considera exento de contaminación después de la toma de muestras y el análisis mediante el dispositivo de medición de acuerdo con la presente invención (35). Se dirige al tanque limpio (34) y se puede utilizar en el material reciclado. La segunda fracción con punto de ebullición mínimo, procedente del condensador final (27), que contiene las contaminaciones, se acumula en el tanque colector (28) que es el tanque recolector del sistema de separación por membrana (31/32). Desde ahí, el producto fluye a través de la bomba de presión (30)

5 hasta el sistema de separación por membrana (31), en el que según el estado de la técnica, con ayuda de membranas adecuadas, se separan entre sí el agua y los disolventes ligeros como una fracción de permeación (32), así como contaminaciones y disolventes pesados con un peso molar más elevado como la fracción retenida (31). En la selección de una membrana adecuada, se encuentra el límite de separación óptimo cuando la fracción de permeación (32) está exenta de contaminación y simultáneamente en la fracción de retención (31) sólo se pierden ingredientes valiosos con un valor económicamente razonable. El examen se realiza con el procedimiento y el dispositivo de la presente invención (35).

10 Si un líquido de lavado utilizado contiene contaminaciones, cuya temperatura de condensación en la mezcla es igual o superior a la del agua pura, entonces estas contaminaciones se acumularán en la primera fracción del condensador (23) y pasarán al tanque recolector (26). La temperatura de condensación del condensador (23) se ajusta en ese caso de modo que la segunda fracción procedente del condensador final (27) en el recipiente recolector (28), esté exenta de contaminación. La primera fracción procedente del condensador (23) que se representa como en la Fig. 3, con una línea punteada, se dirige al tanque (28) y desde ahí se conduce al sistema de separación por membrana (31/32). La conexión del condensador (23) con el tanque recolector (26) se interrumpe. El material condensado del
15 condensador final (27) que está exento de contaminación, se dirige al tanque recolector (26) y desde ahí hasta el tanque limpio (34). El drenado del condensador final (27) se conecta con el tanque (26). Esta conexión se representa en la Fig. 3 mediante una línea punteada. La conexión con el tanque recolector (28) se interrumpe.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento de preparación de líquidos de lavado acuosos para el lavado de instalaciones de pintura para pinturas a base de agua gracias al reciclaje de los líquidos de lavado utilizados y al control en el material reciclado de la presencia de contaminaciones nocivas a través de sustancias asociadas incompatibles con la pintura, caracterizado porque a una muestra medida de líquido reciclado se añade en porciones agua desmineralizada o agua con la calidad de agua potable convencional, hasta tener un contenido total en agua de la muestra de líquido de 95% en peso y porque durante la adición de agua se verifica la aparición de turbidez en la muestra de líquido, siendo la aparición de turbidez en la muestra líquida un indicador de la presencia de contaminación incompatible con la pintura.
- 2.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque durante la adición de agua desmineralizada a una muestra de un material reciclado particular, se detecta visualmente o por un método de medición, la aparición de turbidez que alcanza un valor máximo y porque la adición de agua desmineralizada se ajusta sobre este valor máximo durante el control operativo del material reciclado.
- 3.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque la cantidad de agua desmineralizada añadida a la muestra de material reciclado para el examen que depende del contenido inicial en agua de la muestra de material reciclado respectiva, se mide de forma que una parte de agua desmineralizada se añade para examinar una parte de material reciclado con un contenido inicial en agua de $\geq 85\%$ en peso, dos partes de agua desmineralizada se añaden para examinar una parte de material reciclado con un contenido inicial en agua de $> 60\%$ en peso hasta $< 85\%$ en peso, tres partes de agua desmineralizada se añaden para examinar una parte de material reciclado con un contenido original en agua de $> 40\%$ en peso hasta $\leq 60\%$ en peso y cuatro partes de agua desmineralizada se añaden para examinar una parte de material reciclado con un contenido inicial en agua de $\leq 40\%$ en peso, en donde la cantidad total de cada sustancia del ensayo que consta de líquido de lavado y de agua desmineralizada añadida, se ajusta de modo que se corresponde con el contenido de la sección medida del turbidímetro.
- 4.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la toma de muestras y el análisis del material reciclado que se produce tiene lugar de forma continua y automática durante el proceso de reciclaje.
- 5.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque las fracciones individuales de material reciclado producido durante un proceso de reciclaje se examinan por separado para estudiar la presencia de contaminaciones incompatibles con la pintura.
- 6.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el material reciclado que se va a reutilizar se recoge a partir de fracciones que no muestran turbidez después de la adición de agua desmineralizada y las fracciones que muestran turbidez se reprocessan o se retiran.
- 7.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque cuando la turbidez se determina por medición, la señal de medición del sensor de turbidez actúa directamente sobre el control del proceso de la planta de reciclaje para descargar el producto contaminado y/o para cambiar el ajuste de los parámetros del proceso de reciclaje en una forma deseada.
- 8.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el reciclaje de los líquidos de lavado utilizados acuosos se realiza mediante destilación continua con condensación fraccionada.
- 9.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado porque las fracciones destiladas que contienen contaminaciones nocivas, incompatibles con la pintura, se purifican empleando uno o varios sistemas de separación por membrana.
- 10.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se añade agua con calidad normal de agua potable al material reciclado después de un examen comparativo previo con agua desmineralizada para analizar contaminaciones incompatibles con la pintura.
- 11.- Dispositivo para preparar líquidos de lavado acuosos para el lavado de instalaciones de pintura para pinturas a base de agua, reciclando los líquidos de lavado utilizados para evitar la introducción de sustancias nocivas incompatibles con la pintura en el material reciclado obtenido, caracterizado porque uno o varios dispositivos de toma de muestras (F, G, H, E) ajustables para el material reciclado recuperado que se va a analizar (B, C, D) y para agua desmineralizada (A), se disponen de modo que conducen automáticamente una cantidad predefinida respectivamente de un material reciclado, seguido por una cantidad predefinida de agua desmineralizada hasta un mezclador (I) aguas abajo, al que están conectados en serie un turbidímetro (L) con sensor (M) y un colector (O) para el líquido de la muestra utilizado, estando situadas las válvulas de cierre (K, N) respectivamente entre el mezclador (I) y el turbidímetro (L), así como entre el turbidímetro (L) y el colector (O), las cuales regulan el flujo de la muestra líquida a través del sistema de medición.
- 12.- Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 11, caracterizado porque las cantidades entregadas desde los

5 dispositivos de dosificación (F, G, H, E) se ajustan de acuerdo con el contenido en agua del material reciclado individual de muestra (B, C, D) de modo que una parte de agua desmineralizada se puede añadir dosificada para analizar una parte de material reciclado con un contenido original en agua de $\geq 85\%$ en peso, dos partes de agua desmineralizada se pueden añadir dosificadas para analizar una parte de líquido reciclado con un contenido original en agua de $>60\%$ en peso hasta $<85\%$ en peso, tres partes de agua desmineralizada se pueden añadir dosificadas para analizar una parte de material reciclado con un contenido original en agua de $>40\%$ en peso hasta $\leq 60\%$ en peso y cuatro partes de agua desmineralizada se pueden añadir dosificadas para analizar una parte de material reciclado con un contenido original en agua de $\leq 40\%$ en peso, de modo que la cantidad total de sustancia de la muestra que consiste en la muestra de material reciclado y el agua desmineralizada añadida, se corresponde con el contenido de la sección de medición del turbidímetro (L).

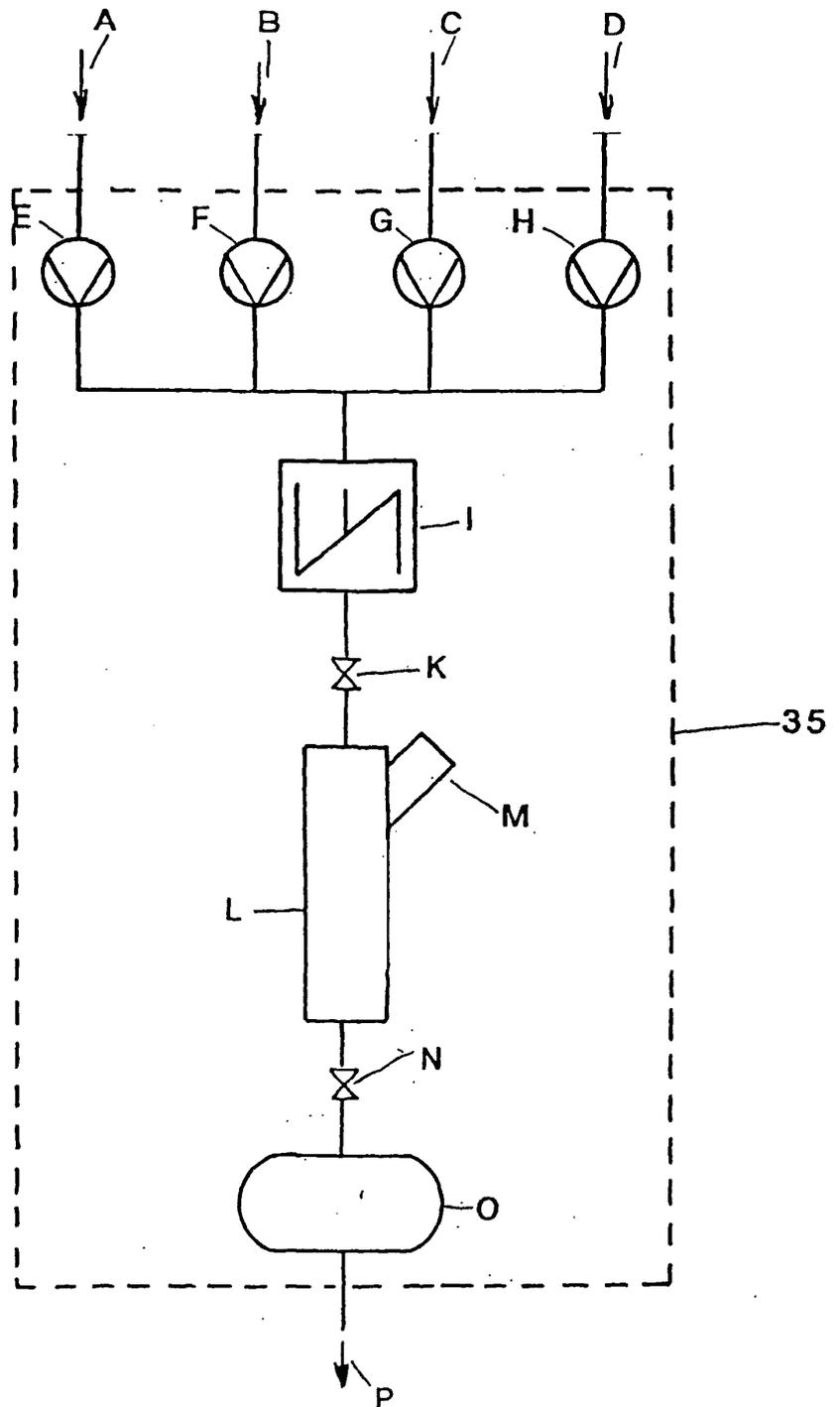
10 13.- Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 o 12, caracterizado porque las bombas dosificadoras para el líquido de lavado (F, G, H) y para el agua desmineralizada (E), las válvulas (K, N) y el mezclador (I) están conectados a un controlador programable para el análisis automático y continuo de los líquidos de lavado.

15 14.- Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado porque las bombas dosificadoras para el material reciclado (F, G, H) y para el agua desmineralizada (E) están conectadas por conductos de succión directamente con los colectores para las fracciones de material reciclado individuales, producidas en el proceso de reciclaje y con el recipiente de almacenamiento para el agua desmineralizada.

20 15.- Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 a 14, caracterizado porque las bombas dosificadoras para el material reciclado (F, G, H) están conectadas por conductos de succión con los colectores para las fracciones de material destilado individuales para la planta de destilación continua con condensación fraccionada.

25 16.- Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 a 14, caracterizado porque las bombas dosificadoras para el material reciclado (F, G, H) están conectadas por conductos de succión con los colectores para las fracciones de material destilado individuales y las fracciones del filtrado de una planta de destilación continua con condensación fraccionada y una planta de separación por membrana aguas abajo.

FIG. 1



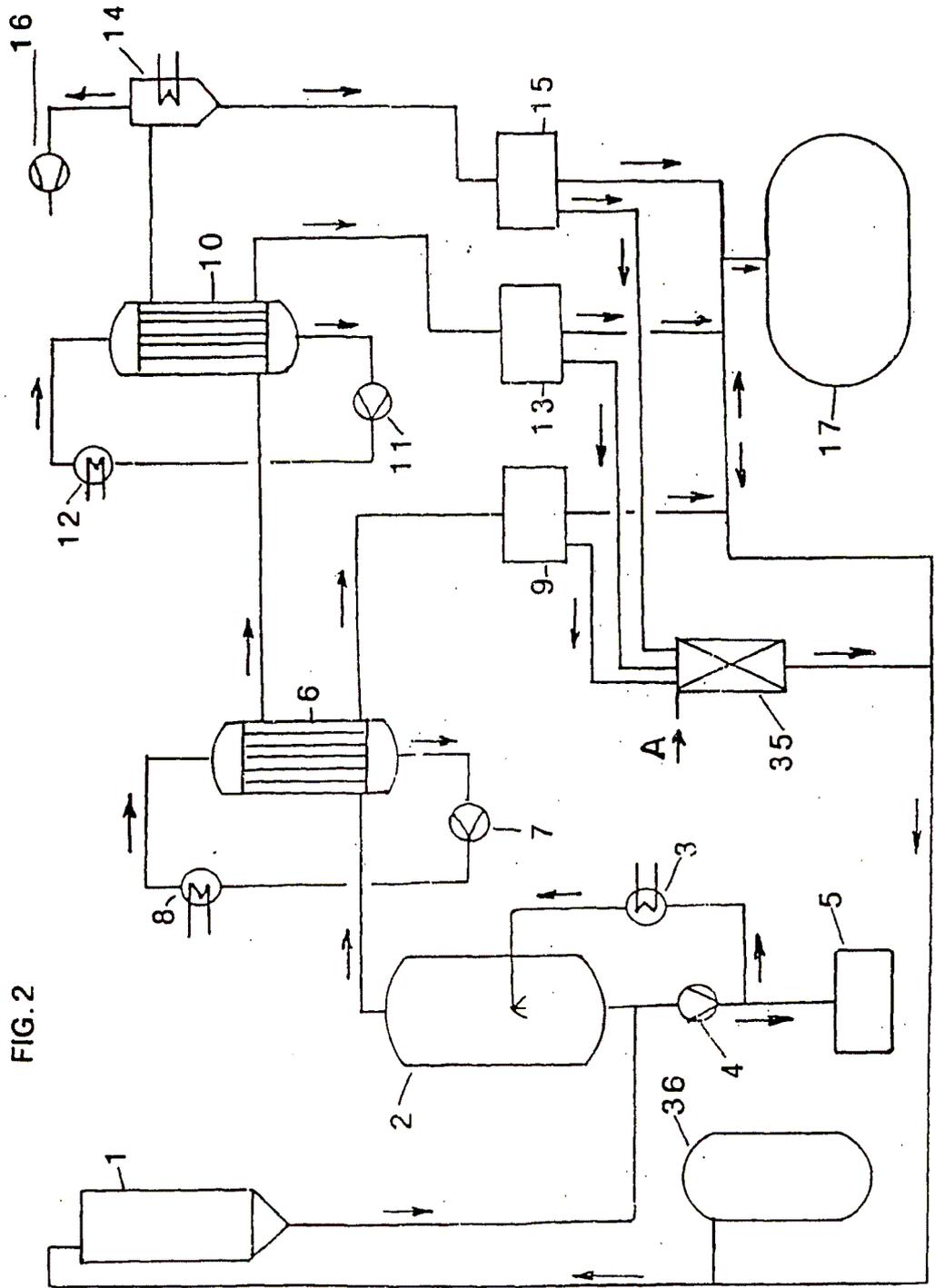


FIG. 2

FIG. 3

