

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 424 152**

51 Int. Cl.:

B01D 61/36 (2006.01)

B01D 63/00 (2006.01)

C01B 17/88 (2006.01)

C25B 15/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.05.2005 E 05742602 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.05.2013 EP 1753522**

54 Título: **Aparato y método para destilación osmótica por membranas**

30 Prioridad:

04.06.2004 CA 2469769

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

27.09.2013

73 Titular/es:

**CHEMETICS INC. (100.0%)
1818 Cornwall Avenue
Vancouver, British Columbia V6J 1C7, CA**

72 Inventor/es:

**TWARDOWSKI, ZBIGNIEW;
DRACKETT, THOMAS S.;
BESSARABOV, DMITRI y
FETISSOFF, PETER E.**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 424 152 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).

DESCRIPCION

Aparato y método para destilación osmótica por membranas

Campo de la invención

5 Esta invención se refiere a un aparato y método para la recuperación y concentración de líquidos químicos a gran escala usando destilación osmótica por membranas, en particular disoluciones agotadas de haluros metálicos alcalinos de celdas electrolíticas y más en particular disoluciones agotadas de cloruro sódico procedentes de la producción de hidróxido sódico y cloro gaseoso.

Antecedentes de la invención

10 En el proceso de producción de cloro y sosa cáustica, una disolución de salmuera casi saturada de NaCl se alimenta a un electrolizador en donde, tras la aplicación de corriente continua, se desprende cloro gaseoso en el ánodo mientras que el agua se reduce electroquímicamente a hidrógeno gaseoso e iones hidroxilo en el cátodo. Anodo y cátodo están separados típicamente por un diafragma microporoso o membrana perfluorada de intercambio catiónico tales como las conocidas bajo los nombres comerciales Nafion®, Flemion® o Aciplex®. Algunas plantas de cloro-álcali pueden utilizar todavía el procedimiento más antiguo basado en mercurio, en el que no hay separador
15 entre los electrodos y la reacción en el cátodo es la formación de amalgama de Na.

Todas las plantas de cloro-álcali requieren una alimentación de salmuera purificada, y en el caso de las plantas de membrana la salmuera tiene que ser "super-pura", con dureza total que hace que el contenido de metales se especifique en menos de 30 ppb. Típicamente se prepara salmuera de NaCl no purificado a partir de NaCl sólido y agua en un saturador de salmuera. A continuación se somete a una o dos etapas de purificación para separar los
20 metales de dureza, tales como Ca y Mg, así como otras impurezas metálicas o no-metálicas. Se usan normalmente tanto métodos de precipitación química como métodos de intercambio iónico para purificar la salmuera de NaCl para plantas de celdas de membrana. La preparación y etapas de procesamiento de salmuera se conocen normalmente como la sección de Tratamiento de Salmuera de la planta de cloro-álcali y puede representar hasta 10-15% del coste total de la planta. Una descripción detallada de la preparación y purificación de salmuera de cloro-álcali se da, por ejemplo, en un capítulo sobre el Cloro en *Industrial Inorganic Chemicals and Products – An Ullmann's
25 Encyclopedia, vol. 2, Wiley-VCH, Weinheim, 1999, pp. 1123-1255.*

Una concentración típica de la salmuera de alimentación es 305 ± 10 g/L, y en el curso de la electrolisis en celdas de membrana la concentración de NaCl se reduce en aproximadamente un tercio, es decir, a 190 ± 10 g/L. La salmuera, tras la electrolisis, se llama salmuera agotada, salmuera débil o salmuera de retorno. La salmuera
30 agotada se declara en primer lugar y, a continuación, típicamente se hace regresar a un saturador de salmuera como uno de varios componentes de reposición para preparar la salmuera bruta de alimentación. Se debe entender que la salmuera agotada es muy pura, es decir, "super-pura", cuando está en la planta de membranas y su reciclaje al saturador de salmuera es solamente con el objetivo de conseguirla reconcentrada a su concentración original, es decir, los 305 ± 10 g/L.

35 Si se encontrara una forma conveniente y económica de reconcentrar salmuera agotada a la concentración de salmuera de alimentación, entonces el tamaño, y por tanto el coste, de la sección de tratamiento de salmuera se podría reducir de manera significativa. También habría una reducción concomitante en el consumo de sustancias químicas para el tratamiento de salmuera, tales como NaOH, Na_2CO_3 y sustancias químicas para la regeneración de resina IX. Desgraciadamente el uso de evaporación convencional como un medio de reconcentrar salmuera agotada
40 se considera que es prohibitivamente costoso, ya que en la típica planta de cloro-álcali no hay disponible energía térmica adicional, por ejemplo vapor. Además, debido a la corrosividad de la salmuera el evaporador tendría que usar metalurgia costosa.

Por tanto hay una necesidad de métodos mejorados para reconcentrar salmuera agotada a salmuera de alimentación.

45 El mecanismo de transferencia de vapor de agua a través de una membrana en la destilación osmótica por membranas (OMD) se basa en la difusión molecular o, en el caso de poros más pequeños de la membrana, una difusión molecular y de Knudsen mixta. En cualquier caso, la velocidad de transferencia es proporcional a la diferencia de vapor de agua a través de la membrana, la porosidad de la membrana y los inversos del grosor de la membrana y tortuosidad. Los materiales de membrana adecuados incluyen, por ejemplo, fluoropolímeros microporosos como PTFE, FEP, PFA, PVDF, y similares, poliolefinas tales como PP, PE, y polisulfonas y similares.
50 También es posible usar materiales inorgánicos microporosos, que incluyen carbón y vidrio, siempre que se hayan hecho hidrófobos ya sea (i) mediante mezcla con cualquiera de los polímeros anteriores o (ii) por tratamiento de la superficie, por ejemplo con siliconas orgánicas. Alternativamente, también es posible usar una película delgada de membrana no porosa hecha de polímero que se caracteriza por alto volumen libre que la hace permeable a los gases y vapor de agua. Ejemplos de tales polímeros son poli(1-trimetilsilil-1-propino) (PTMSP) o copolímero de 2,2-bistrifluorometil-4,5-difluoro-1,3-dioxol/tetrafluoroetileno (Teflon AF® 2400) como una membrana permeable al vapor
55 de agua. La membrana no porosa da la seguridad positiva de que no habrá entremezclado de las corrientes

acuosas, aunque a expensas de un flujo inferior, es decir, velocidad de transferencia de vapor de agua normalizada con respecto al área de la membrana. La membrana no porosa da la seguridad positiva de que no habrá entremezclado de las corrientes acuosas, aunque a expensas de un flujo inferior, es decir, la velocidad de transferencia de vapor de agua normalizada con respecto al área de la membrana.

- 5 Una buena descripción de la técnica OMD está contenida en un artículo de P.A. Hogan et al., "A New Option: Osmotic Distillation", Chemical Engineering Progress, Julio 1998, incorporada aquí como referencia. Hasta la fecha, la OMD se ha usado pocas veces industrialmente, y casi exclusivamente para concentración de corrientes acuosas de procesos alimentarios tales como zumos, caldos de fermentación o productos intermedios farmacéuticos. En tales aplicaciones, el usuario quiere evitar degradación térmica de los constituyentes alimentarios tales como, por ejemplo, compuestos de sabor, limitando la temperatura de funcionamiento del proceso OMD prácticamente al nivel ambiente. La disolución receptora o "sumidero de agua" es, típicamente, una disolución concentrada de CaCl_2 , MgCl_2 , NaCl , hidrogenofosfato(s) o pirofosfato(s) potásico(s). También es posible usar disolventes orgánicos de baja presión de vapor miscibles con agua, tales como etilenglicol. En la mayoría de los casos, la disolución agotada, es decir, disolución receptora diluida se reconcentra a la concentración original en el evaporador externo. Por tanto se requiere entrada neta de energía térmica para el proceso global. Como se ha mencionado anteriormente, para los casos ordinarios que usan receptores a base de cloruros el evaporador tendría que estar hecho de aleaciones caras resistentes a la corrosión.

- 20 Los fenómenos de destilación osmótica por membranas (OMD) se han explotado, hasta la fecha, casi exclusivamente con el objetivo de concentrar productos alimenticios o farmacéuticos degradables por el calor, tales como zumos de frutas, leche, café, enzimas, vitaminas, y similares. Los productos mencionados anteriormente no pueden, en general, ser concentrados por evaporación térmica convencional sin afectar negativamente a sus propiedades organolépticas o terapéuticas.

- 25 El documento de patente de U.S. 4.781.837, concedida el 1 de Noviembre de 1988 a Lefebvre, Michel S.M., describe un proceso de OMD para concentración de zumos de frutas o vegetales, leche, suero de leche, poniendo en contacto tales alimentos, a través de una barrera hidrófoba microporosa, con una disolución receptora muy concentrada de sal tal como NaCl o MgSO_4 . El documento USP 4.781.837 describe también un procedimiento por el cual la disolución receptora agotada se reconcentra *per se*, por ejemplo por ósmosis inversa (RO) y reciclada a la etapa OMD. La temperatura del proceso citado es 40°C . El documento USP 4.781.837 describe también un concepto de extracción de agua potable a partir de agua de mar, por una combinación de OMD y RO.

- 30 El documento de patente de U.S. 5.098.566, concedida el 24 de Marzo de 1992 a Lefebvre, Michel S.M., describe una membrana microporosa hidrófoba con espesor y porosidad optimizados, particularmente útil para el proceso de OMD. El documento 5.098.566 enseña explícitamente la diferenciación entre destilación por membranas (MD) y OMD, con la primera técnica que no es isotérmica y siempre realizada bajo un gradiente de temperatura significativo, es decir, unos 50°C a través de la membrana microporosa hidrófoba.

- 35 El documento de patente de U.S. 5.382.365, concedida el 17 de Enero de 1995 a Deblay, es algo similar y ejemplifica casos de concentración mediante OMD de productos intermedios farmacéuticos líquidos o zumo de uva así como productos alimenticios sólidos (manzanas en rodajas). El agente deshidratante preferible (receptor) es una disolución concentrada de CaCl_2 . La regeneración y el reciclado de la disolución receptora se describe específicamente.

- 40 El documento de patente de U.S. 5.824.223, concedida el 20 de Octubre de 1998 a Michaels et al., describe el uso de una variedad de sales oxigenadas de fósforo como receptores, no de tipo haluro, para aplicación en OMD. Los compuestos propuestos tienen la ventaja de ser muy solubles, no tóxicos y no corrosivos.

- 45 El documento de patente de U.S. 5.938.928, concedida el 17 de Agosto de 1999 a Michaels A.N., describe un proceso de OMD para la concentración de zumos y bebidas, que utiliza una membrana estratificada que consiste en una capa microporosa hidrófoba forrada con una película delgada hidrófila no porosa. Tal estructura estratificada ha demostrado que es eficaz en prevenir la humectación de la membrana de OMD.

El documento de patente de U.S. 6.383.386, concedida el 7 de Mayo de 2002 a Hying et al., describe membranas microporosas de cerámica revestidas con un agente hidrófobo en un contexto de reactores de membrana así como para concentración de zumos de frutas por OMD.

- 50 Los documentos de patente de U.S. 6.299.777 B1, concedida el 9 de Octubre de 2001, y 6.569.341 B2, otorgada el 27 de Mayo de 2003 a Bowser, John J., describen procesos de OMD que utilizan membranas hidrófobas no porosas, hechas con alto volumen libre, polímero perfluorado tal como perfluoro-2,2-dimetil-1,3-dioxol. Los documentos de patente USP 6.299.777 y 6.569.341 enseñan que se obtienen flujos de vapor de agua aceptables con tales materiales poliméricos, mientras que los materiales también eliminan positivamente la humectación de la membrana.

- 55 Se debe señalar que los procesos de OMD de la técnica anterior funcionan no solamente a temperaturas relativamente bajas de aproximadamente o inferiores a 50°C en un entorno químico no a gran escala, sino para producir efectivamente, a consecuencia del proceso de OMD, una disolución receptora "agotada" diluida que se

debe reconcentrar a su concentración original y reciclar al proceso de OMD. Tal tratamiento adicional implica costes de inversión y de operación. Por tanto, el procedimiento de la técnica anterior proporciona solo un único beneficio de concentración deseada de producto, con el concomitante coste mencionado.

5 El documento US5965004 describe un método mediante el cual se genera dióxido de cloro por oxidación electroquímica de clorito sódico en un compartimento anódico de una celda dividida por membrana de intercambio catiónico. Esto se lleva a cabo a través de un proceso de destilación por membrana para el que se prevé un gradiente de temperatura a través de la membrana entre 0,1 y 100°C. No hay descripción alguna del uso de una disolución receptora concentrada.

Sumario de la invención

10 Sorprendentemente hemos descubierto que la reconcentración y dilución concomitante de disoluciones acuosas de procesos químicos a gran escala por OBD se puede llevar a cabo a velocidades comercialmente aceptables.

Además, hemos descubierto que dichos procesos se pueden realizar para disoluciones químicas a gran escala, a temperaturas relativamente altas para proporcionar ventajas de costes de inversión y de operación.

15 La expresión "química a gran escala" en el campo de la producción química industrial se entiende bien que significa sustancias químicas producidas en escala de al menos centenares de kilogramos, y generalmente en escala de decenas de miles de kilogramos. Esto es distinto de la producción de alimentos y productos de química fina tales como productos farmacéuticos. Más específicamente, la expresión "química a gran escala" en esta memoria descriptiva se limita también a la producción de sustancias químicas inorgánicas cuando se fabrican en una planta de procesos químicos a gran escala.

20 En consecuencia, en un aspecto la invención proporciona un método para aumentar la concentración de un primer compuesto inorgánico en una primera disolución acuosa, dicho primer compuesto inorgánico es un haluro de metal alcalino y dicha primera disolución acuosa es una disolución de haluro de metal alcalino de un primer proceso de una planta química que comprende una celda electrolítica, comprendiendo dicho método

25 (a) alimentar dicha primera disolución, que tiene dicho primer compuesto en una primera concentración y una primera presión de vapor de agua, a un medio de destilación que comprende una membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua que separa (i) una primera cámara, para recibir dicha primera disolución, de (ii) una segunda cámara para recibir una disolución acuosa de alimentación receptora que tiene una segunda presión de vapor de agua inferior a dicha primera presión de vapor de agua;

30 (b) alimentar dicha disolución acuosa de alimentación receptora a dicha segunda cámara para realizar la transferencia de vapor de agua a través de dicha membrana desde dicha primera cámara a dicha segunda cámara, y para producir (i) una primera disolución resultante que tiene una segunda concentración de dicho primer compuesto mayor que dicha primera concentración y (ii) una disolución acuosa de alimentación receptora diluida;

35 (c) recoger dicha primera disolución resultante, caracterizado porque dicho medio de destilación es medio de destilación osmótica por membranas y dicha disolución acuosa de alimentación receptora es una disolución producto de una celda electrolítica para la producción electrolítica de un hidróxido de metal alcalino derivado de dicho haluro de metal alcalino, y dicho método incluye además la etapa de d) reciclar al menos una parte de dicha primera disolución resultante con dicha planta química a dicha celda electrolítica.

40 En consecuencia, preferiblemente en una realización la invención proporciona un segundo proceso de dicha planta química a gran escala; y recoger además dicha disolución acuosa de alimentación receptora diluida.

La primera disolución resultante y la disolución de alimentación receptora diluida se reciclan a la planta química a gran escala.

45 Preferiblemente, la primera disolución está sujeta a la etapa de OMD a una temperatura práctica seleccionada desde al menos 50°C hasta su punto de ebullición. Obviamente la temperatura se selecciona para proporcionar un práctico diferencial de presión de vapor con la disolución receptora.

50 Hemos descubierto que los procedimientos según la invención son muy valiosos cuando tanto (a) el líquido agotado (diluido) a concentrar como (b) el líquido receptor se proporcionan dentro de los confines de una planta de procesos químicos a gran escala, o unidad de la misma, bajo la etapa de OMD para proporcionar convenientemente tanto (a) el líquido agotado reconcentrado como (b) el deseado líquido receptor diluido, para reciclar dentro de la planta química. Tal disposición ventajosa mitiga los costes de inversión y de operación de la etapa de OMD.

En un objetivo muy preferido de la presente invención se proporciona un aparato y métodos convenientes y económicos para reconcentrar salmuera agotada a salmuera de alimentación.

En consecuencia, en una realización adicional, la invención proporciona como se ha definido anteriormente en donde dicho primer compuesto es un haluro de metal alcalino y dicha disolución de haluro de metal alcalino es disolución agotada de una celda electrolítica para la producción electrolítica de halógeno e hidróxido de metal alcalino a partir de dicho haluro de metal alcalino.

- 5 El método preferido según la invención descrito en esta memoria aprovecha una situación común en una planta química, especialmente planta de cloro-álcali o de clorato sódico, en donde hay múltiples corrientes de procesos que requieren normalmente adición de agua desmineralizada y, por tanto, son receptores potenciales (sumideros de agua) para el vapor de agua separado de la salmuera agotada. Tales corrientes se describen a continuación como sigue:
- 10 1. Catolito de NaOH. Típicamente NaOH al 30-33% en peso a 80-90°C. Presión parcial de vapor de agua: 20-25 kPa (1 kPa a temperatura ambiente). Normalmente se añade agua al bucle de circulación del catolito para mantener la concentración de NaOH.
2. NaOH usado para producción de lejía (NaOH al 33% en peso requiere dilución a NaOH al 20% en peso). Temperatura: 80°C. Presión parcial de vapor de agua: 20-40 kPa.
- 15 3. Salmuera bruta concentrada. Típicamente NaCl al 25-26% en peso a temperatura ambiente. Presión parcial de vapor de agua: 1 kPa (36 kPa a 80°C). Normalmente se añade agua al saturador de salmuera para producir la salmuera bruta concentrada.
4. Acido agotado de la etapa de secado de Cl₂. Típicamente H₂SO₄ al 70% en peso. Presión parcial de vapor de agua: 0,2 kPa a temperatura ambiente (3 kPa a 80°C).
- 20 La presión parcial de vapor de agua sobre salmuera agotada (NaCl al 16-17% en peso) es 2 kPa a temperatura ambiente y 42 kPa a 80°C, respectivamente.

De ello se deduce que se obtiene considerable fuerza motriz de la presión parcial de vapor de agua poniendo en contacto salmuera agotada con cualquiera de las corrientes receptoras enumeradas anteriormente. Por ejemplo, cuando se pone en contacto salmuera agotada, a través de la membrana microporosa hidrófoba, con el receptor catolito de NaOH, la fuerza motriz inicial de la presión de vapor de agua sería: 1 kPa a temperatura ambiente y aproximadamente 20 kPa a 80°C, respectivamente.

Para conseguir la reconcentración deseada de salmuera agotada, el método según la invención utiliza destilación osmótica por membranas (OMD) en donde una corriente de proceso a concentrar se pone en contacto, a través de una membrana preferiblemente hidrófoba microporosa, con una corriente más concentrada denominada en esta memoria corriente receptora o receptor. El receptor se caracteriza por tener una presión de vapor de agua inferior a la de la corriente de proceso. Mientras se mantiene la diferencia en la presión de vapor de agua sobre las dos corrientes, habrá un transporte neto de vapor de agua al receptor.

Hay dos características importantes del proceso de OMD que se deben valorar como sigue.

- 35 1. A consecuencia del pequeño tamaño de poro de la membrana, típicamente < 0,5 μm, y de su carácter hidrófobo, no hay transferencia de disoluciones líquidas a través de ella y solamente componentes gaseosos, que incluyen el vapor de agua, pueden penetrar. En el caso de reconcentración de salmuera agotada, esto significa que ningunos solutos no volátiles, incluyendo impurezas, se pueden transferir entre la salmuera agotada y el receptor.
- 40 2. Se consume calor durante la evaporación de agua de la corriente de proceso, mientras que la misma cantidad de calor se libera cuando el vapor de agua se condensa (absorbe) en el receptor. El calor liberado se "recicla", por conducción térmica a través de la membrana, a la corriente de proceso. En consecuencia, el proceso de OMD se considera que es isotérmico.

Por consiguiente, en una realización preferida la invención proporciona un método para aumentar la concentración de haluro de metal alcalino en una disolución acuosa, que comprende

- 45 (a) alimentar dicha disolución de haluro de metal alcalino, que tiene una primera concentración de haluro de metal alcalino y una primera presión de vapor de agua, a un medio de destilación osmótica por membranas que tiene una membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua que separa (i) una primera cámara, para recibir dicha disolución de haluro de metal alcalino, de (ii) una segunda cámara para recibir una disolución acuosa de alimentación receptora que tiene una segunda presión de vapor inferior a dicha primera presión de vapor;
- 50 (b) alimentar dicha disolución de alimentación acuosa receptora a dicha segunda cámara para realizar la transferencia de vapor de agua a través de dicha membrana desde dicha primera cámara a dicha segunda cámara y producir una resultante disolución de haluro de metal alcalino a una segunda concentración mayor que dicha primera concentración, y

(c) recoger dicha disolución resultante de haluro de metal alcalino.

Preferiblemente, la membrana hidrófoba es microporosa.

En una realización preferida, la invención proporciona un proceso electrolítico mejorado para la producción de hidróxido de metal alcalino y halógeno gaseoso a partir de una disolución de haluro de metal alcalino, comprendiendo dicho procedimiento electrolizar dicha disolución acuosa de dicho haluro de metal alcalino en una celda electrolítica para producir dicho hidróxido de metal alcalino, halógeno gaseoso y disolución de haluro de metal alcalino agotada, comprendiendo la mejora someter al menos una parte de dicha disolución agotada de haluro de metal alcalino, que tiene una presión de vapor agotada, a un medio de destilación osmótica por membranas que comprende una membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua que separa (i) una cámara de disolución agotada, para recibir dicha disolución agotada, de (ii) una cámara receptora para recibir una disolución de alimentación receptora acuosa que tiene una presión de vapor de disolución receptora inferior a dicha presión de vapor agotada; y alimentar dicha al menos parte de dicha disolución de haluro de metal alcalino agotada a dicha cámara de disolución agotada; alimentar dicha disolución de alimentación receptora a dicha cámara receptora para realizar transferencia de vapor de agua a través de dicha membrana desde dicha cámara de disolución agotada a dicha cámara receptora, para producir una resultante disolución de haluro de metal alcalino agotada más concentrada y una resultante disolución receptora menos concentrada.

Aunque en la actualidad se cree que no están disponibles comercialmente las unidades de contacto OMD, que ejemplifican el medio de destilación osmótica por membranas, otros tipos de unidades de contacto de membranas están disponibles y se pueden adaptar para el proceso de OMD. Por ejemplo, la Membrana Division de Celgard Corp. fabrica una unidad de contacto llamada Liqui-Cel™, que utiliza fibras de poli(propileno) (PP) (0,3 mm de DE, 0,03 μm de tamaño de poro medio) entretejidas en tela clara, que se inserta después en una carcasa. Una corriente fluye a través de los lúmenes de las fibras huecas de PP, mientras que la otra corriente fluye generalmente en el lado de la carcasa. Esta particular unidad de contacto usa una alimentación central de la carcasa y un deflector central para asegurar que al menos parte de la corriente lateral de la carcasa fluye en la dirección normal a la fibra. Se desarrollaron unidades de contacto Liqui-Cel™ para gasificar/desgasificar disoluciones líquidas o para aplicaciones de extracción de disolventes. Otro ejemplo de una unidad de contacto de membrana comercialmente disponible es una unidad pHasor™ disponible en Mykrolis Corporation. Esta unidad de contacto de carcasa y tubos contiene capilares de membrana microporosa de PFA y se usa principalmente para la transferencia de gas libre de burbujas en fluidos, especialmente transferencia de ozono en corrientes de procesos de semiconductores. También, otro dispositivo adaptable como una unidad de contacto OMD es la unidad Microza®, disponible comercialmente en Pall Corp. Esta unidad es también de tipo carcasa y tubos e incorpora un conjunto de capilares microporosos de PVDF como membrana. El uso deseado de la unidad Mizcroza® es para microfiltración de flujo cruzado.

En general, las unidades de contacto de membrana pueden utilizar membranas de fibra hueca, tubulares, es decir, capilares o planas hechas de polímeros mencionados anteriormente en esta memoria, en forma microporosa o no porosa. La configuración de la unidad de contacto puede ser de tipo placa y marco, en espiral o plisada – para las membranas de tipo plano. Para membranas tubulares y de fibra hueca, el flujo de carcasa y tubos o transversal en donde el vapor de proceso y el receptor fluyen en dirección normal uno respecto al otro, los tipos de módulos son más apropiados. Como se ha mencionado anteriormente, algunos fabricantes de unidades de contacto de membrana han entretejido o enlazado fibras huecas individuales, o capilares, como fieltros o telas. Después se pueden manejar de manera similar a las membranas planas y envasarlas en, por ejemplo, un módulo en espiral. En resumen, se debe entender que se pueden usar formas diversas de membranas y módulos de membranas en la OMD. En cada caso, la membrana sirve como un barrera no humectable entre la disolución tratada, por ejemplo salmuera agotada, y el receptor, que transfiere vapor de agua y otros componentes volátiles y conduce el calor.

En una realización adicional la invención proporciona un aparato para aumentar la concentración de un primer compuesto inorgánico, en una primera disolución acuosa que tiene una primera presión de vapor de agua proporcionada por un primer proceso de una planta química a gran escala, mediante destilación osmótica por membranas, comprendiendo dicho aparato medios de destilación osmótica por membrana que comprenden

(i) una membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua;

(ii) una primera cámara para recibir dicha primera disolución; y

(iii) una segunda cámara para recibir una disolución acuosa de alimentación receptora que tiene una segunda presión de vapor de agua inferior a dicha primera presión de vapor de agua, y separada de dicha primera cámara por dicho medio de membrana;

medios para alimentar dicha primera disolución a dicha primera cámara y medios para alimentar dicha disolución acuosa de alimentación receptora a dicha cámara para realizar operativamente transferencia de vapor de agua a través de dicha membrana desde dicha primera cámara a dicha segunda cámara, y para producir

(i) la primera disolución resultante que tiene una segunda concentración de dicho primer compuesto mayor que dicha primera concentración, y

(ii) la disolución acuosa de alimentación receptora diluida;

5 medios para recoger dicha primera disolución resultante; y medios para recoger dicha disolución de alimentación receptora diluida.

En una realización adicional preferida, la invención proporciona un aparato para concentrar una disolución de haluro de metal alcalino mediante destilación osmótica por membranas, que comprende

(i) una membrana hidrófoba, permeable a gases y vapor de agua;

(ii) una primera cámara para recibir dicha disolución de haluro de metal alcalino; y

10 (iii) una segunda cámara para recibir una disolución acuosa de alimentación receptora y separada de dicha primera cámara por dicho medio de membrana;

medios para alimentar dicha disolución de haluro alcalino a dicha primera cámara;

medios para alimentar dicha disolución acuosa de alimentación receptora a dicha segunda cámara;

15 medios para recoger disolución concentrada de haluro de metal alcalino de dicha primera cámara; y medios para recoger disolución acuosa de alimentación receptora diluida.

Además, en un aspecto adicional, la invención proporciona una planta mejorada de producción de halógeno y álcali que comprende

una celda electrolítica para la producción electrolítica de hidróxido de metal alcalino y halógeno a partir de una disolución de haluro de metal alcalino;

20 medios para alimentar disolución de alimentación de haluro de metal alcalino a dicha celda;

medios para recoger disolución agotada de haluro de metal alcalino de dicha celda que tiene presión de vapor de agua agotada de dicha celda;

medios para recoger dicho hidróxido de metal alcalino de dicha celda;

25 (i) una primera cámara para recibir dicha disolución agotada de haluro de metal alcalino y en donde se realiza la producción de disolución de haluro de metal alcalino reconcentrada; y

(ii) una segunda cámara para recibir una disolución acuosa de alimentación receptora que tiene una presión de vapor de agua receptora inferior a dicha presión de vapor de agua agotada, separada de dicha primera cámara por dicho medio de destilación que comprende una membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua, y en donde se realiza la producción de una disolución acuosa de alimentación receptora diluida;

30 medios para alimentar dicha disolución agotada de haluro de metal alcalino a dicha primera cámara;

medios para alimentar dicha disolución acuosa de alimentación receptora a dicha segunda cámara;

caracterizada porque el medio de destilación es medio de destilación osmótica por membranas, comprendiendo además la planta

35 medios para reciclar toda o parte de dicha disolución de haluro de metal alcalino reconcentrada, directa o indirectamente desde dicha primera cámara a dicha celda electrolítica; medios para alimentar dicho hidróxido de metal alcalino a dicha segunda cámara, y medios para recoger dicha disolución acuosa de alimentación receptora diluida desde dicha segunda cámara.

Breve descripción de los dibujos

40 Con el fin de que la invención se pueda entender mejor, se describirán ahora realizaciones preferidas a modo de ejemplo solamente, con referencia a los dibujos que se adjuntan, en donde:

Las Figuras (1) – (4) son diagramas esquemáticos de plantas de producción de cloro-álcali que incorporan unidades de contacto de membrana para reconcentrar salmuera agotada, según la invención; y en donde los mismos numerales indican partes semejantes.

Descripción detallada de realizaciones preferidas

45 La Fig. 1 muestra un diagrama simplificado de un tren de tratamiento de salmuera, electrolizador y un bucle de recirculación de catolito, representado en general como 10, en donde la disolución de catolito de hidróxido sódico

producto se pasa a la unidad de OMD como un “sumidero de agua” receptor, aquí la segunda cámara del medio OMD.

La salmuera de alimentación bruta se prepara en un saturador de salmuera 12, al que se añade sal sólida NaCl 14 y agua de proceso 16. Después se pasa salmuera saturada 18 a una etapa primaria 20 de tratamiento de salmuera en donde, tras la adición de sustancias químicas de tratamiento, NaOH y Na₂CO₃, indicadas como 22, la mayor parte de cualquier impureza de dureza precipita y los sólidos se depuran y/o se separan por filtración para producir salmuera de alimentación purificada 24. Para ser adecuada como una alimentación al electrolizador de cloro-álcali de celda de membrana, la salmuera alimentada purificada necesita sufrir más purificación o “refinación” en un tratamiento de salmuera secundario 26, que utiliza resina IX de intercambio iónico quelante para separar selectivamente impurezas traza catiónicas multivalentes de la salmuera. La resina IX se regenera con HCl y NaOH, indicados conjuntamente como sustancias químicas de regeneración 28. La “salmuera refinada” 30 se bombea al tanque de alimentación de salmuera 32 y después, por petición, como corriente 34, a la sección de electrolisis, indicada como electrolizador de membrana 36. El electrolizador 36 está acoplado con el tanque de recirculación del catolito 38, que alimenta NaOH al 28-30% en peso aproximadamente al electrolizador 36 como corriente 40. Tras la electrolisis, la concentración NaOH del catolito aumenta a 32-33% en peso. Normalmente, parte de éste como corriente cáustica 42 se recoge como producto cáustico 44, mientras que el resto vuelve a 38. Similarmente, la corriente de salmuera agotada volvería normalmente al saturador de salmuera 12.

En esta realización se introduce la etapa 46 de unidad de contacto OMD para poner en contacto salmuera agotada 48 de la primera cámara 49 del medio OMD, y el resto anteriormente mencionado de producto cáustico 50 de la segunda cámara 51 para realizar la transferencia osmótica de vapor de agua desde 48 a 50. Como resultado de ello aumenta la concentración de NaCl de la salmuera agotada de la cámara 49. Esta salmuera reconcentrada 52 se puede alimentar ahora directamente al tanque de alimentación de salmuera 32 y evitar el camino convencional a través del antedicho saturador y dos etapas de tratamiento de salmuera. Al mismo tiempo, la concentración de NaOH en la cámara 51 y de catolito cáustico 50 disminuye, mientras se forma la corriente 54, que se hace volver al tanque 38 de recirculación de catolito. Debido a la absorción de agua procedente de la salmuera agotada, disminuye la reposición de agua desmineralizada 56 al catolito con respecto a la requerida en ausencia de esta etapa OMD. Por razones de simplicidad, la etapa de decloración de salmuera agotada, que podría ser necesaria antes de la etapa OMD, se ha omitido.

La Fig. 2 muestra, representada en general como 60, una configuración en la que el receptor es una salmuera 62 de NaCl bruto concentrado, “sumidero de agua” separado de la corriente 18 del saturador 12. Tras la absorción osmótica de agua, esta salmuera se diluye y vuelve como corriente 64 al saturador 12. Se infiere que la entrada de corriente de agua 16 de proceso se reducirá en comparación con la necesaria en ausencia de la etapa de OMD. Se debe entender que con esta configuración, debido a la mayor presión parcial de vapor de agua sobre la salmuera saturada, la fuerza motriz durante la etapa de OMD se reducirá en comparación con el proceso observado en la Fig. 1, anteriormente en esta memoria.

La Fig. 3 muestra, representada en general como 70, una planta de cloro-álcali que produce lejía líquida de hipoclorito sódico, en donde el hidróxido sódico y producto son el “sumidero de agua” receptor. En tal planta, un producto de NaOH al 32-33% en peso se diluye en primer lugar a una concentración de aproximadamente 20% en peso y después se hace reaccionar con Cl₂ gaseoso para producir el NaOCl. Este es un caso favorable, puesto que plantea la mayor necesidad de agua desmineralizada tanto para dilución de sosa cáustica en el bucle del catolito como para la dilución del susodicho producto cáustico, antes de que se alimente al reactor de hipoclorito. La mayor necesidad de agua desmineralizada se traduce en un mayor sumidero de agua para que el agua se extraiga de la salmuera agotada. Además, en este caso no hay necesidad de declorar la salmuera agotada antes de las etapas de OMD – el cloro residual de la salmuera se separará en su mayor parte junto con vapor de agua y se absorberá en el receptor cáustico, formando pequeñas cantidades de NaOCl. La Fig. 3 muestra dos etapas de OMD. Una parte de la corriente 42 de producto cáustico del catolito se separa como sosa cáustica producto 72, que sufre dilución “intensa” en una etapa 74 de OMD-2, mientras que el resto de sosa cáustica se diluye moderadamente en la etapa 46 de OMD-1 y después se hace volver al tanque de recirculación del catolito como corriente 54. La salmuera agotada 48 fluye en primer lugar a través de OMD-1 y se concentra a un nivel intermedio en la corriente 52. Más concentración de salmuera ocurre en OMD-2 dando por resultado la corriente 76 de salmuera completamente reconcentrada. La corriente cáustica diluida 78 se bombea a un reactor de hipoclorito (no mostrado). Se debe subrayar que las etapas de OMD se podrían organizar de muchos modos diferentes. Por ejemplo, la salmuera agotada 48 se puede poner en primer lugar en contacto con la corriente 72 de sosa cáustica producto y después con el catolito 42 recirculante. Igualmente la salmuera agotada 48 se puede alimentar en paralelo a ambas etapas OMD, en vez de en serie como se muestra.

La Fig. 4 representa, en general como 80, la realización de la Fig. 1, excepto que ahora muestra explícitamente una etapa 82 de decloración de salmuera agotada. Las sustancias químicas declorantes HCl, NaOH y Na₂SO₃ se muestran como corrientes 84, 86 y 88, respectivamente.

Se debe entender que se pueden usar otros receptores y combinación de receptores para extraer agua de salmuera agotada por el método de OMD. Como se ha mencionado anteriormente en esta memoria, se puede utilizar convenientemente ácido agotado de la etapa de secado de cloro, ya sea solo o en combinación con otros

receptores. En general, los receptores más eficaces son los caracterizados por la presión parcial de vapor de agua más baja a una temperatura dada. Además es conveniente operar a temperaturas superiores, puesto que esto tiende a aumentar la diferencia efectiva de presión parcial de vapor de agua entre salmuera agotada y el receptor. El límite superior de temperatura de funcionamiento de OMD está definido por los materiales de construcción en el módulo OMD, particularmente las membranas y material envolvente.

Además de la fuerza motriz de la presión parcial de vapor de agua, el diseño del módulo es importante para conseguir altas velocidades de transferencia de vapor de agua por área de membrana disponible. La transferencia inherente de vapor de agua a través de los poros de la membrana es improbable que sea un factor limitante, pero la polarización por concentración en los lados de la salmuera agotada y del receptor contribuirá a disminuir la fuerza motriz efectiva de presión de vapor de agua para el proceso. Similarmente es importante asegurar el equilibrio térmico rápido entre las corrientes de salmuera agotada y receptor, es decir, evitar la polarización de temperatura. Para minimizar la polarización por concentración y temperatura, las corrientes puestas en contacto deben ser recirculadas rápidamente a través de los módulos de OMD. Se prefieren medios para aumentar la turbulencia de las disoluciones en la membrana de OMD. Se pueden usar ejemplos de activadores de turbulencia tales como deflectores, burbujeo de aire, bombeo pulsado, y similares. Un diseño de módulo OMD de flujo transversal, en el que al menos una de las corrientes que se ponen en contacto fluye en dirección normal a la membrana, por ejemplo en una fibra hueca de membrana, se cree que es una unidad de contacto OMD más eficaz cuando se compara con un tipo convencional de carcasa y tubos usando flujos paralelos o en contracorriente.

Ejemplos

Todos los experimentos enumerados se hicieron usando una unidad de microfiltración de carcasa y tubos Microzar® como unidad de contacto OMD. Las especificaciones relevantes para esta unidad se enumeran a continuación:

DE del módulo:	48 mm
Forma/material de membrana:	Capilar/PVDF
DE/DI de membrana:	2,3/1,4 mm
# de capilares	140
Area de membrana:	0,12 m ² (basado en el DI)

Ejemplo 1

Se bombeó salmuera agotada (NaCl al 18% en peso) en el lado de la carcasa de la unidad Microza® a 2,7 ml/min (velocidad lineal: ~0,5 cm/s), mientras que se bombeó disolución receptora de NaOH al 30,5% en peso a través del lumen de los capilares de PVDF a 2,5 ml/min (velocidad lineal en cada capilar ~1,2 cm/s). Las temperaturas de la salmuera agotada y receptor se hicieron variar, pero se mantuvieron iguales una a la otra. En el procedimiento, la salmuera agotada llegó a concentrarse a nivel de 25-26% en peso. La diferencia inicial estimada de presión de vapor de agua diferencial (fuerza motriz) fue 8 kPa a 30°C y 8 kPa a 60°C respectivamente. Las velocidades de transferencia de agua medidas fueron como sigue:

Temperatura, °C	Velocidad de transferencia de H ₂ O, kg/m ² hr
22	0,42
35	0,80
45	1,00
55	1,25
65	1,50

Ejemplo 2

Las condiciones fueron similares a las del Ejemplo 1 excepto que la temperatura se fijó a 73°C y el flujo en la parte del lumen aumentó a 7,6 ml/s (~3,5 cm/s), mientras que el flujo en la parte de la carcasa (salmuera agotada) se hizo variar. Las velocidades de transferencia de agua medidas fueron como sigue:

Flujo en la parte de la carcasa, ml/s	Velocidad de transferencia de H ₂ O, kg/m ² hr
6,6	2,25
8,5	2,90
10,0	3,30

Ejemplo 3

Se usaron membranas de PTFE® tubulares Gore-Tex® en una unidad de contacto de membrana de la configuración de tipo de flujo no descrita para el proceso de OMD. Alguna descripción del módulo de membrana y membranas se da en la Tabla 1.

5 Tabla 1. Membranas tubulares Gore-Tex y un módulo de membrana usados en los experimentos.

Forma/material de membrana	Tubos/PTFE
Area activa del módulo de membrana basada en la parte tubular	1,1 m ²
Longitud de tubo activa	43,1 cm
Porosidad de membranas	~50%
DI de tubos de membrana	~0,55 mm
DE de tubos de membrana	~0,80 mm
Espesor de tubos de membrana	~0,125 mm

Se bombeó salmuera agotada (NaCl al 17,5% en peso) en la parte de la carcasa de la unidad de contacto de membranas que comprende membranas tubulares Gore-Tex a una velocidad lineal de ~7,4 cm/s. Se bombeó disolución receptora que comprendía NaOH al 30% a través de la parte tubular de las membranas tubulares de PTFE a una velocidad lineal de ~21 cm/s por cada tubo. Las temperaturas de salmuera agotada y receptor se hicieron variar, pero se mantuvieron iguales una a otra (ver una tabla adicional a continuación):

10

Temperatura, °C	Velocidad de transferencia de H ₂ O, kg/m ² hr
50	1,24
60	3,82
70	5,56

En el proceso, la salmuera agotada llegó a concentrarse a ~19% en peso. La diferencia estimada de presión de vapor de agua inicial (fuerza motriz) varió entre ~4,8 y 12,2 kPa.

Ejemplo 4

15 Las condiciones fueron similares a las del Ejemplo 3, excepto que la temperatura se fijó a 75°C. La concentración inicial de la disolución receptora fue 30% en peso. La concentración inicial de la salmuera agotada varió como sigue (ver tabla adicional a continuación):

Concentración inicial de salmuera agotada, % en peso	Velocidad de transferencia de H ₂ O, kg/m ² hr
18,9	4,79
20,8	3,85
22,9	3,77

20 En el proceso, la salmuera agotada se concentró a ~25% en peso. La diferencia estimada de presión de vapor de agua inicial (fuerza motriz) varió entre ~13,0 kPa y 14,5 kPa.

Ejemplo 5

25 Las condiciones fueron similares a las del Ejemplo 4, es decir, la temperatura se fijó en 75°C. La velocidad lineal de la salmuera agotada fue 6,7 cm/s. La velocidad lineal de la disolución receptora fue 28 cm/s por tubo. La concentración inicial de la salmuera agotada fue 19% en peso. La concentración inicial de la disolución receptora varió como sigue (ver tabla adicional a continuación):

Concentración inicial receptora (NaOH), % en peso	Velocidad de transferencia de H ₂ O, kg/m ² hr
27,75	3,90
28,38	4,10
29,15	4,40
30,25	4,60

La diferencia estimada de presión de vapor de agua inicial (fuerza motriz) varió entre ~10,9 kPa y 15,1 kPa.

Ejemplo 6

Se usó un haz de los capilares HALAR® (ECTFE) epoxi-protegidos por ambos lados y sumergido en un envase con salmuera agotada para evaluar la eficacia de la membrana para la reconcentración de salmuera agotada. Alguna descripción de los capilares de membrana y un haz de membrana se da en la Tabla 2.

5 Tabla 2. Membranas de capilares Halar® y un haz de membrana usados en los experimentos.

Forma/material de membrana	Capilares/HALAR®
Area activa del haz de membrana	0,15 m ²
Longitud capilar activa	17,5 cm
DI de la membrana	0,39 mm
DE de la membrana	0,65 mm
Espesor de los tubos de membrana	0,13 mm
Tamaño de poro nominal	0,1 μm

10 La concentración inicial de salmuera agotada fue 18% en peso de NaCl. Se vertió salmuera agotada en un recipiente que se colocó en un baño de agua a 70°C. Se agitó salmuera agotada con un agitador magnético a 500 RPM. Un haz de los capilares de membrana Halar® se sumergió en la disolución de NaCl. La concentración inicial de la disolución receptora fue 31,5% de NaOH. Se alimentó al lumen de los capilares de membrana a 70°C. La velocidad lineal de la disolución de NaOH se fijó en 2,4 ó 14,4 cm/s por capilar de membrana. Las velocidades obtenidas de transferencia de agua se dan en la tabla siguiente (ver más a continuación):

Velocidad lineal de la disolución de NaOH, cm/s	Velocidad de transferencia de H ₂ O, kg/m ² hr
2,4	3,16
14,4	5,56

La diferencia estimada de presión de vapor de agua inicial (fuerza motriz) fue ~10,2 kPa.

15 Ejemplo 7

20 En esta serie de experimentos, la membrana y unidad de contacto de membrana usadas fueron las mismas que las descritas en el Ejemplo 3 (por ejemplo, membranas tubulares de PTFE Gore-Tex). Se alimentó agua DI a la parte de la carcasa de la unidad de contacto de membrana a 6,7 cm/s a diversas temperaturas. La disolución receptora se alimentó al lumen de los tubos a ~28 cm/s por tubo a las mismas temperaturas que la alimentación de agua. La concentración inicial de la disolución receptora varió ligeramente, pero fue aproximadamente 30% en peso y se midió cada vez antes de un experimento. La tabla siguiente presenta las velocidades de transferencia de agua obtenidas a diversas diferencias de presión de vapor de agua (ver tabla adicional a continuación):

Diferencias de presión de vapor de H ₂ O, Bar (kPa)	Velocidad de transferencia de H ₂ O, kg/m ² hr
0,104 (10,4)	4,0
0,130 (13,0)	4,9
0,151 (15,1)	6,0

Se puede conseguir más aumento de la velocidad de transferencia de agua por:

- 25 - Optimización de membrana usando material más delgado y con mayor porosidad, pero sin aumentar el tamaño de poro nominal por encima de 0,2 μm;
- Optimización de módulo por configuración de flujo transversal, caudales superiores y más turbulencia en la interfase membrana/disolución;
- 30 - Operación a temperaturas superiores, por ejemplo, operación hasta 90°C es posible en planta de cloro-álcali sin calentamiento adicional, y
- Uso de pequeños calentadores auxiliares para optimizar el perfil de temperatura a través de la membrana para intervenir en los efectos de polarización de temperatura.

35 Los anteriores experimentos demuestran que la velocidad del proceso de OMD es muy dependiente de la temperatura de operación. Una fuerte dependencia de los caudales de salmuera agotada y receptor indicó un control adicional por concentración y posiblemente polarización de temperatura en la interfase de disolución membrana.

Por tanto, la presente invención proporciona aparato y procesos para la reconcentración de una disolución acuosa agotada de una corriente de proceso químico de una planta química a gran escala de una manera eficaz y eficiente, opcionalmente no a temperaturas relativamente altas y condiciones severas de hasta ahora.

5 Muy preferiblemente, el agua transformada por el procedimiento de OMD se usa, al mismo tiempo, como agua de disolución deseada para otra corriente de proceso que forma parte de toda la planta química. Tal acción reduce o elimina la necesidad y coste de agua desmineralizada de nueva aportación o de "reposición", o un receptor "especial" o reacondicionamiento del receptor.

10 Sorprendentemente, y convenientemente, la velocidad de reconcentración se puede aumentar por operaciones a temperaturas relativamente altas no aceptables en operaciones comerciales de la técnica anterior debido a la sensibilidad a la temperatura de los compuestos químicos. Tales temperaturas altas aumentan la diferencia en presión de vapor de agua entre las disoluciones para maximizar las velocidades de la OMD.

15 Además, tales operaciones a altas temperaturas permiten la utilización de las corrientes de proceso "ya calientes" en la etapa de OMD, de manera que prácticamente no se genera ni se consume calor neto, y por tanto los costes de las etapas de enfriamiento y/o calentamiento se eliminan o reducen. Esto es particularmente cierto cuando no hay fuente de energía inmediata disponible, por ejemplo vapor a alta o baja presión.

Aunque esta descripción ha descrito e ilustrado algunas realizaciones preferidas de la invención, se debe entender que la invención no se restringe a esas realizaciones particulares. Más bien la invención incluye todas las realizaciones que caen bajo el alcance de las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método para aumentar la concentración de un primer compuesto inorgánico (14) en una primera disolución acuosa (48), dicho primer compuesto inorgánico (14) es un haluro de metal alcalino y dicha primera disolución acuosa es una disolución de haluro de metal alcalino, de un primer proceso de una planta química que comprende una celda electrolítica (36), comprendiendo dicho método:
- 5 (a) alimentar dicha primera disolución (48) que tiene dicho primer compuesto a una primera concentración y una primera presión de vapor de agua a un medio de destilación (46) que comprende una membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua que separa (i) una primera cámara (49), para recibir dicha primera disolución (48), de (ii) una segunda cámara (51) para recibir una disolución acuosa de alimentación receptora (50) que tiene una segunda presión de vapor de agua inferior a dicha primera presión de vapor de agua;
- 10 (b) alimentar dicha disolución de alimentación acuosa receptora (50) a dicha segunda cámara (51) para realizar transferencia de vapor de agua a través de dicha membrana desde dicha primera cámara (49) hasta dicha segunda cámara (51), y producir (i) una primera disolución resultante (52) que tiene una segunda concentración de dicho primer compuesto (14) mayor que dicha primera concentración y (ii) una disolución acuosa de alimentación receptora diluida (54);
- 15 (c) recoger dicha primera disolución resultante (52);
- caracterizado porque dicho medio de destilación (46) es un medio de destilación osmótica por membranas y en donde dicha disolución acuosa de alimentación receptora (50) es una disolución producto de una celda electrolítica (36) para la producción electrolítica de hidróxido de metal alcalino derivado de dicho haluro de metal alcalino; y dicho método incluye además el paso de
- 20 (d) reciclar al menos una parte de dicha primera disolución resultante (52) dentro de dicha planta química a dicha celda electrolítica (36).
2. Un método como se define en la reivindicación 1, en donde dicha disolución acuosa de alimentación receptora diluida se recicla dentro de dicha planta química a dicha celda electrolítica (36).
- 25 3. Un método como se define en la reivindicación 1 ó 2, en donde dicha primera disolución está a una temperatura seleccionada del intervalo de al menos 50°C a menos de su punto de ebullición.
4. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde dicha disolución acuosa de alimentación receptora está a una temperatura seleccionada del intervalo de al menos 50°C a 80°C.
- 30 5. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde dicha membrana es microporosa.
6. Un método como se define en la reivindicación 5, en donde dicha membrana tiene un tamaño de poro < 0,5 µm.
7. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde dicha membrana hidrófoba se caracteriza por alto volumen libre y no es porosa.
- 35 8. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde dicha disolución de haluro de metal alcalino es disolución agotada de una celda electrolítica para la producción electrolítica de halógeno e hidróxido de metal alcalino a partir de dicho haluro de metal alcalino.
9. Un método como se define en la reivindicación 8, en donde dicho haluro de metal alcalino es cloruro sódico.
10. Un método como se define en la reivindicación 1, en donde dicha disolución acuosa de alimentación receptora se selecciona de hidróxido sódico de un bucle de recirculación de catolito, e hidróxido sódico producto adecuado en la preparación de lejía de hidróxido sódico.
- 40 11. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en donde dicha disolución de haluro de metal alcalino resultante es salmuera que tiene una segunda concentración de al menos 22% en peso.
12. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, en donde dicha disolución de haluro de metal alcalino comprende cloruro sódico y cloro, y además comprende declarar dicha disolución que se encuentra a la vez en dicho medio de destilación osmótica por membranas.
- 45 13. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde dicho medio de destilación osmótica por membranas comprende una pluralidad de dichas unidades de medios de destilación osmótica por membranas enlazadas en paralelo y/o en serie.

14. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, que comprende además someter dicha disolución en dicha primera cámara y/o segunda cámara a agitación seleccionada del grupo consistente en burbujeo de aire, activadores de turbulencia y flujo pulsado.
- 5 15. Un método como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en donde dicho medio de destilación osmótica por membranas comprende una unidad seleccionada del grupo consistente en un medio de placa y marco, medio de carcasa y tubos y medio de contacto por membrana con diseño de flujo plisado o transversal.
- 10 16. Un método como se define en la reivindicación 1, en donde el primer compuesto inorgánico es un haluro de metal alcalino y la primera disolución acuosa es una disolución de haluro de metal alcalino, comprendiendo dicho proceso electrolizar dicha disolución acuosa de dicho haluro de metal alcalino en una celda electrolítica (36) de un electrolizador para producir hidróxido de metal alcalino, halógeno gaseoso, y disolución de haluro de metal alcalino agotada, someter al menos una parte de dicha disolución de haluro de metal alcalino agotada, que tiene una presión de vapor de agua agotada, al medio de destilación osmótica por membranas que comprende la membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua que separa (i) la primera cámara de disolución agotada (49), para recibir dicha disolución agotada, de (ii) la segunda cámara receptora (51) para recibir la disolución acuosa de alimentación receptora que tiene una presión de vapor de agua de la disolución receptora inferior a dicha presión de vapor de agua agotada; y alimentar al menos una parte de dicha disolución de haluro de metal alcalino agotada a dicha cámara de disolución agotada; alimentar dicha disolución de alimentación receptora a dicha cámara receptora para realizar transferencia de vapor de agua a través de dicha membrana desde dicha cámara de disolución agotada (49) hasta dicha cámara receptora (51), para producir una resultante disolución de haluro de metal alcalino más concentrada y una resultante disolución de alimentación receptora menos concentrada; y reciclar al menos una parte de dicha resultante primera disolución dentro de dicha planta química a dicha celda electrolítica.
- 15 17. Un método como se define en la reivindicación 16, en donde dicha disolución acuosa de alimentación receptora comprende una disolución seleccionada del grupo que consiste en (i) salmuera concentrada; (ii) hidróxido de metal alcalino concentrado; y (iii) ácido sulfúrico agotado de un proceso de secado de cloro.
- 20 18. Un método como se define en la reivindicación 16 ó 17, en donde dicha resultante disolución de haluro de metal alcalino más concentrada se recicla a dicha celda electrolítica.
- 25 19. Una planta de producción mejorada de halógeno y álcali que comprende:
- 30 una celda electrolítica para la producción electrolítica de hidróxido de metal alcalino y halógeno a partir de una disolución de haluro de metal alcalino;
- medios para alimentar disolución de alimentación de haluro de metal alcalino a dicha celda;
- medios para recoger disolución agotada de haluro de metal alcalino, que tiene presión de vapor de agua agotada, de dicha celda;
- medios para recoger dicho hidróxido de metal alcalino de dicha celda;
- 35 (i) una primera cámara (49) para recibir dicha disolución de haluro de metal alcalino agotada y en donde se realiza la producción de disolución de haluro de metal alcalino reconcentrada; y
- (ii) una segunda cámara (51) para recibir una disolución acuosa de alimentación receptora que tiene una presión de vapor de agua receptora inferior a dicha presión de vapor de agua agotada, separada de dicha primera cámara por medios de destilación, comprendiendo dichos medios de destilación una membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua, y en donde se realiza la producción de una disolución acuosa de alimentación recibida diluida;
- 40 medios para alimentar dicha disolución de haluro de metal alcalino agotada a dicha primera cámara (49);
- medios para alimentar dicha disolución acuosa de alimentación receptora a dicha segunda cámara (51); caracterizada porque el medio de destilación es medio de destilación osmótica por membranas, comprendiendo además la planta medios para reciclar en su totalidad o en parte dicha disolución reconcentrada de haluro de metal alcalino, directa o indirectamente desde dicha primera cámara (49) a dicha celda electrolítica;
- 45 medios para alimentar dicho hidróxido de metal alcalino a dicha segunda cámara (51);
- y
- medios para recoger dicha disolución acuosa diluida de alimentación receptora desde dicha segunda cámara (51).
- 50 20. Una planta como se define en la reivindicación 19, en donde dicha celda electrolítica se configura para producir hidróxido sódico y cloro a partir de cloruro sódico.

21. Una planta como se define en la reivindicación 19 ó 20, en donde dicha membrana hidrófoba permeable a gases y vapor de agua es microporosa.

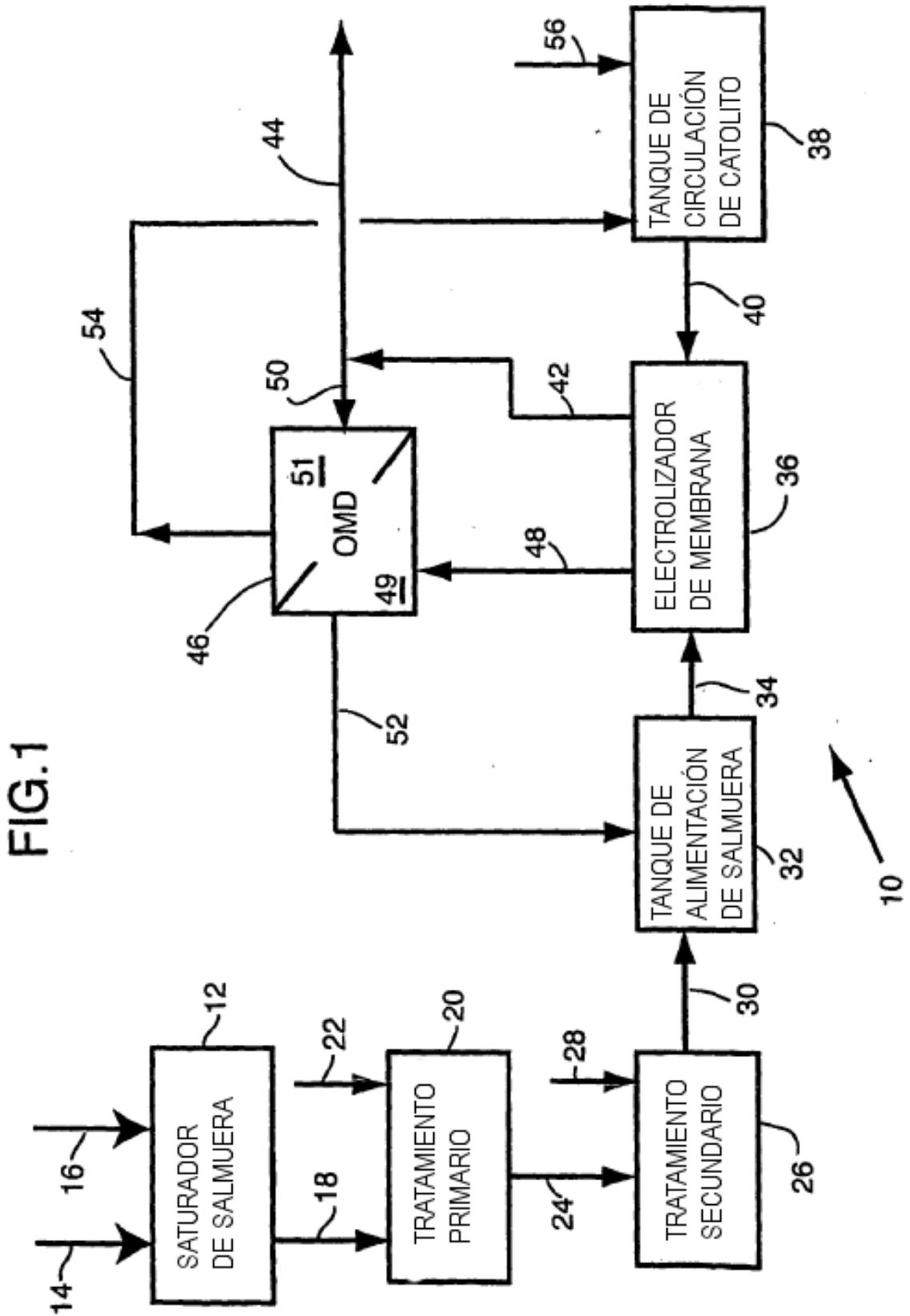
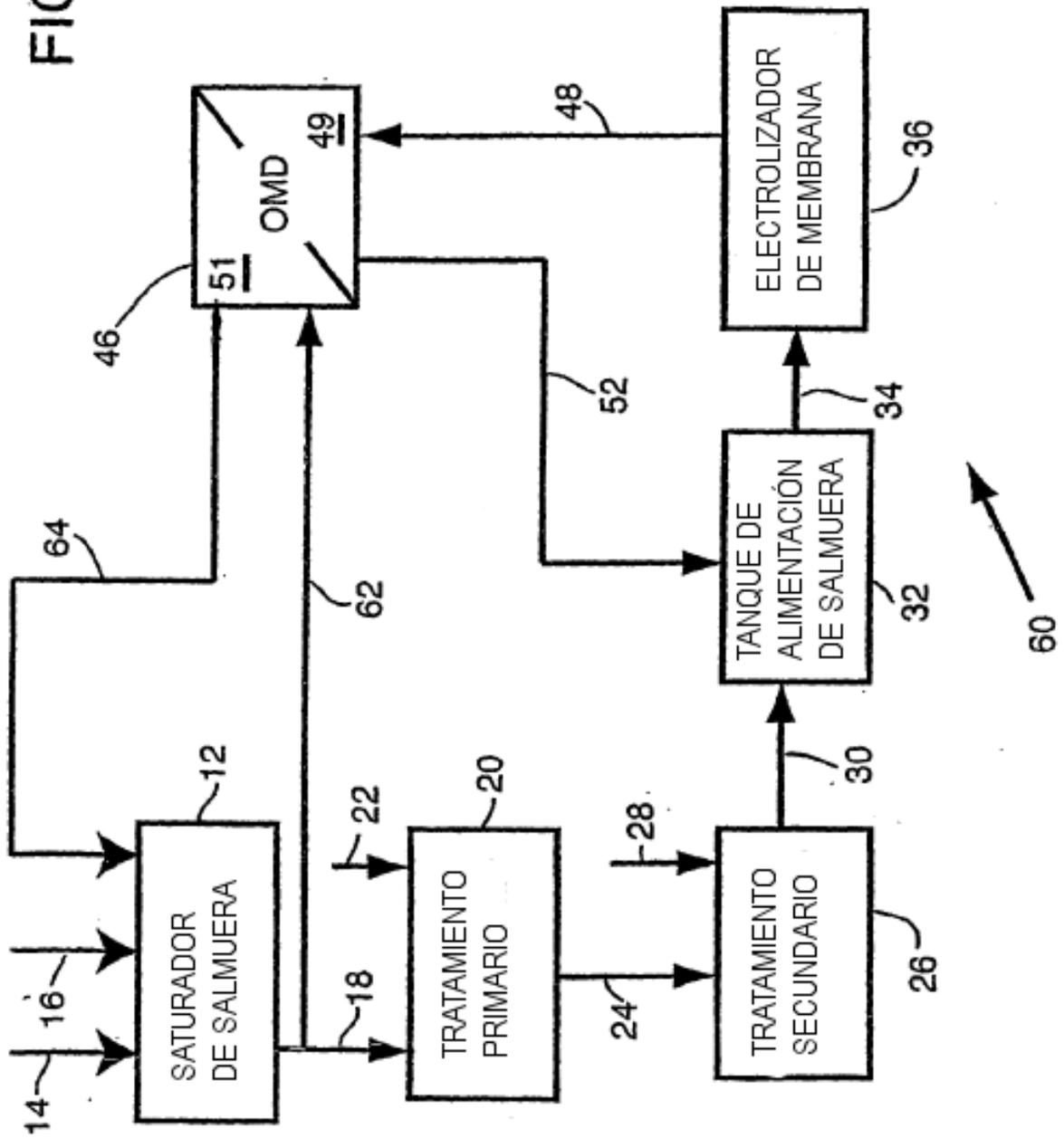


FIG.2



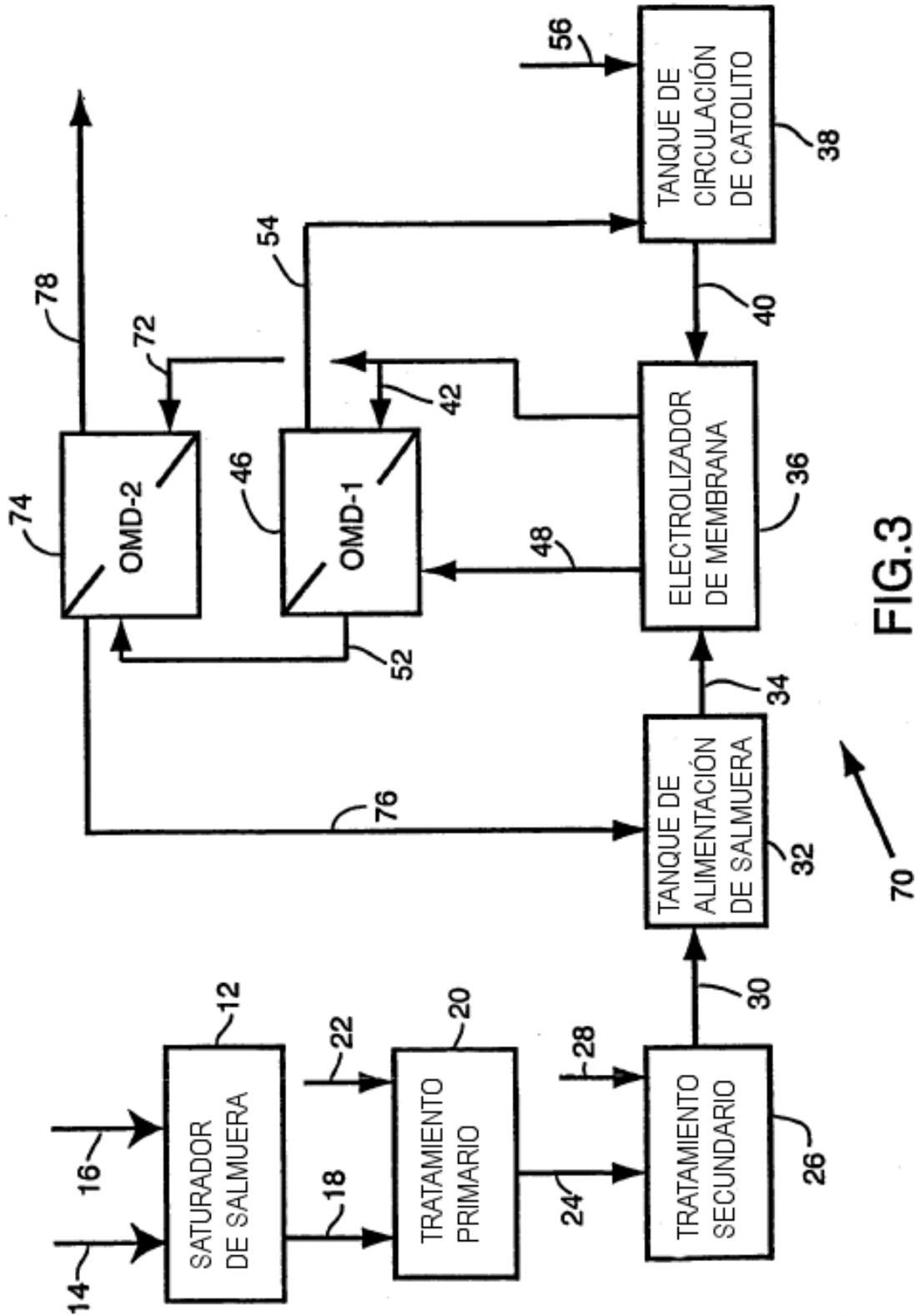


FIG.3

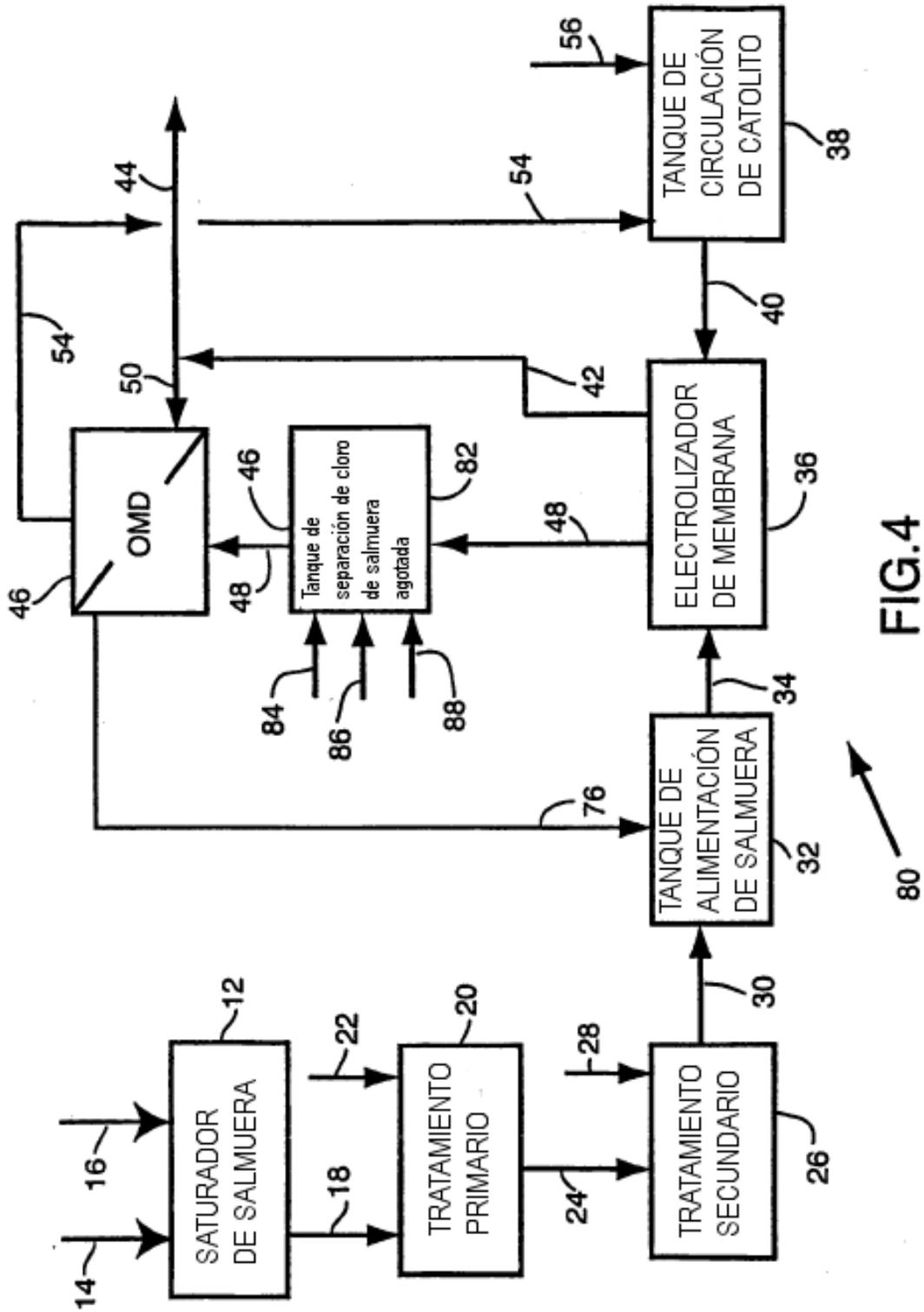


FIG.4