

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 430 050**

51 Int. Cl.:

**C01D 3/14** (2006.01)

**C01D 3/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.02.2009 E 09712160 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2013 EP 2247533**

54 Título: **Procedimiento y aparato para purificar composiciones salinas sólidas**

30 Prioridad:

**22.02.2008 US 30816**

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

**18.11.2013**

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)  
2040 Dow Center  
Midland, MI 48674, US**

72 Inventor/es:

**YOUNG, THOMAS C.;  
PHAM, HA Q. y  
MAEDA, SHUJI**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 430 050 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 aparato para purificar composiciones salinas sólidas.

**Antecedentes de la descripción**

Campo de la descripción

- 5 Las realizaciones descritas en la presente memoria se refieren a salmuera purificada, tal como la salmuera que tiene un contenido orgánico reducido, por ejemplo, un contenido reducido de resina epoxi, epihalohidrina, productos de reacción, catalizadores y/o disolventes. Las realizaciones descritas en la presente memoria se refieren también a procedimientos y aparatos para obtener salmuera que tiene un contenido orgánico reducido. Otras realizaciones descritas en la presente memoria se refieren a la mejora de procedimientos en los que la salmuera se usa en los procedimientos o aparatos para incluir en ellos salmuera que tiene un contenido orgánico reducido y/o se refiere a la salmuera obtenida a partir de ellos. Las realizaciones descritas en la presente memoria son útiles en varios procedimientos y métodos, tales como procedimientos que implican agua, aguas residuales, y purificación de salmuera, tal como en procedimientos de cloro/álcali y procedimientos que implican la producción de resinas epoxi. Así, las realizaciones descritas en la presente memoria se refieren también a procedimientos para purificación de la salmuera generada por procedimientos industriales, tales como la producción de resinas epoxi. La salmuera purificada se puede usar en procedimientos industriales tales como procedimientos de cloro-álcali para la conversión electrolítica de salmuera en cloro gas e hidróxido o hipoclorito de sodio.

Antecedentes

- 20 En los procesos químicos existe la necesidad de obtener una utilidad máxima de las corrientes de proceso de llegada, así como de la capacidad de reciclar las corrientes de proceso, o de usar productos secundarios de un proceso en otros procesos, particularmente en procesos cercanos. Tales usos de las corrientes de proceso son medioambientalmente y económicamente deseables.

- 25 En la producción de resinas epoxi por reacción de fenoles polihídricos con epihalohidrinas e hidróxidos de metales alcalinos, se produce una sal de metal alcalino como producto secundario. La sal puede estar en disolución acuosa, si el proceso de producción implica el contacto de fases líquidas múltiples, o como una sal sólida si se usa la separación azeotrópica de agua durante la reacción.

- 30 La sal o salmuera producto secundario está contaminada por regla general con compuestos orgánicos, tales como la resina epoxi producto, la epihalohidrina, los productos de reacción de la hidrólisis de la epihalohidrina, el catalizador de transferencia de fase o el codisolvente del reactor, u otro disolvente. Es deseable purificar la sal o salmuera producto secundario antes de su desecho o reutilización.

- 35 Los documentos JP04060994(B) y JP60081176(A) están orientados a la separación de una sal inorgánica formada como un producto secundario, añadiendo una disolución acuosa concentrada de la sal inorgánica formada como un producto secundario al producto de reacción de una resina epoxi, separando la mezcla resultante en tres capas, una capa de disolución de resina, una capa acuosa de la sal inorgánica y una capa de barro espeso de la sal inorgánica, y filtrando la sal inorgánica de la capa de barro espeso. Como se indica en el resumen en inglés de estos documentos japoneses, se hace reaccionar un compuesto que tiene un grupo hidroxilo o amino con una epiclorhidrina y una disolución acuosa de un álcali mientras se elimina el agua por destilación azeotrópica para producir una resina epoxi. En el proceso, para eliminar una sal inorgánica formada como un producto secundario, se añade una disolución acuosa concentrada de la sal inorgánica mencionada anteriormente al producto de la reacción mencionada anteriormente, directamente o después de retirar por destilación el exceso de epiclorhidrina y diluir con un disolvente orgánico, y la mezcla resultante se agita, se deja estar y se separa en tres capas, una capa de disolución de resina, una capa acuosa de la sal inorgánica y una capa de barro espeso de la sal inorgánica. La sal inorgánica se filtra entonces de la capa de barro espeso de la sal inorgánica, y la sal inorgánica, que es un producto secundario, se separa de forma eficaz del producto de reacción mencionado anteriormente como cristales de pureza elevada.

- 45 La patente de los EE.UUU. nº 4.751.280 describe un método para producir resina epoxi por reacción con separación azeotrópica de agua seguida de etapas de secado, filtrado y lavado. Como se describe en dicho documento, la separación de sal se puede conseguir por "cualquier medio mecánico adecuado" tal como filtración o centrifugación, y se cita una centrífuga de cesto vertical como un dispositivo particularmente adecuado.

- 50 El documento EP0356854 B1 describe un método para tratar sales contaminadas con compuestos orgánicos lavando con un disolvente, retirando las aguas madres de la torta de sal, y secando la sal para dar una sal que contiene cantidades pequeñas de contaminación orgánica residual. El ejemplo describe el lavado de una sal contaminada procedente de la producción de resina epoxi en una centrífuga de cesto, con epiclorhidrina y una mezcla de epiclorhidrina/1-metoxi-2-propanol, seguido de retirada de las aguas madres en la centrífuga de cesto. La sal se secó después en un secador rotatorio.

- 55 El documento DD216471 A1 describe la mezcla de los productos de reacción de la fabricación de resina epoxi (resi-

na epoxi, sales inorgánicas y productos secundarios orgánicos sólidos) con un disolvente orgánico durante >15 minutos, seguida de adición de agua, seguida de decantación de la fase acuosa para proporcionar una mejor separación de fases.

- 5 El documento DD155780 A3 describe el uso de centrifugación para separar una resina epoxi/capa de disolvente de una capa acuosa de sal.
- El documento CS190218 B1 describe la separación, que incluye separación por gravedad o mediante una centrifuga, de resinas epoxi de las mezclas de reacción, en una capa de sal y una capa resinosa que contiene epiclorhidrina y resina epoxi.
- 10 Los documentos CS176770 B1, CS174508 B1 y CS136171 describen el uso de una centrífuga para la separación de las fases orgánica y acuosa en un ejemplo de la preparación de una resina epoxi.
- El documento SU245368 describe el uso de filtración para separar la sal formada en la preparación de resinas epoxi novolak.
- 15 El documento SU191118 describe la separación continua de una capa acuosa saturada de sal de una disolución de resina durante la producción de resina epoxi, seguida de destilación azeotrópica del agua y posterior separación de la sal por filtración.
- El documento CN1850635 A describe un método para tratar salmuera residual de un proceso de obtención de resina epoxi mediante neutralización, filtración, destilación en película, cristalización, y separación sólido-líquido. También se describe el uso de tratamiento biológico para aguas residuales con bajo contenido de sal.
- 20 El documento CN1884079 A describe un método de purificación de sales sólidas contaminadas procedentes de la producción de resina epoxi mediante reacción con HCl, neutralización, eliminación de las impurezas flotantes y etapas múltiples de cristalización y separación sólido/líquido.
- El documento CN1792832 A describe un método de extracción de salmuera residual de un proceso de obtención de resina epoxi con un disolvente, neutralización con un ácido a pH 5-9, adición de un coagulante y/o un floculante, filtración, concentración por evaporación, después cristalización de la sal de las aguas residuales para obtener una sal sólida como producto.
- 25 Los documentos CN1124231 B y CN1263051 A describen un método de tratamiento de aguas residuales de un proceso de obtención de resina epoxi mediante decantación de la fase orgánica, concentración, y cristalización para obtener una sal sólida. Una parte de las aguas madres de la etapa de cristalización se descarta, y una parte se puede reciclar. El condensado de la cristalización por evaporación se puede usar como agua dulce.
- 30 El documento GB2320020 A describe un método para separar compuestos orgánicos halogenados de aguas residuales usando lignito en polvo o carbón activado en polvo. El método se describe como aplicable a aguas residuales de varios procesos químicos de producción, que incluyen la producción de resina epoxi.
- El documento JP3409915 B2 describe el uso de tanques centrífugos de separación con discos rotatorios para mejorar la separación de fases de resinas epoxi de las aguas residuales.
- 35 El documento JP03094884 A describe el uso de carbón activado para adsorber impurezas que incluyen polímeros de las aguas residuales de las resinas epoxi. Se considera que la DQO se reduce de 10.000 mg/L a 1.200 mg/L usando un tratamiento por lotes.
- 40 El documento PL151776 B2 describe un método de tratamiento de aguas residuales de resinas epoxi mediante el uso de etapas múltiples de cristalización por evaporación / filtración. También se realiza un ajuste de pH y un lavado de la sal. Se recupera una fase orgánica que contiene glicerol y poligliceroles.
- La patente de los EE.UU. nº 4.976.864 A y el documento EP362934 B1 describen un método para tratar aguas residuales de resinas epoxi por hidrólisis en condiciones alcalinas seguida de separación de 90% de NaCl por cristalización por evaporación o electrodiálisis. También se describe el uso de una combinación de digestión anaerobia y aerobia.
- 45 El documento DD243503 A1 describe el uso de calefacción y decantación para separar resina epoxi insoluble de unas aguas residuales que contienen NaCl y sólidos.
- 50 El documento WO 2007/122781 describe un método de purificación de salmuera por electrolisis, que comprende disolver sal cruda en agua, añadir un agente floculante a la salmuera cruda obtenida, filtrar la salmuera cruda resultante y realizar un tratamiento con resina quelante para eliminar los iones metálicos divalentes de la salmuera cruda, en el que tras la adición del agente floculante y antes de la filtración, se añade un agente alcalino a la salmuera cruda para ajustar su valor de pH en el intervalo de 7,5 a 9,5 y a continuación la eliminación de los iones metálicos divalentes se realiza sin cambiar el valor de pH de la salmuera cruda.

5 El documento EP 0 484 729 A describe un método para separar sal de sales naturales (sal de roca o sal gorda) que comprende una primera etapa de separación, de disolución de una sal natural en agua, adición de un ácido fuerte que contiene iones sulfato a la disolución acuosa, ajustándola así a un pH bajo, adición de un agente alcalino a la disolución acuosa, ajustándola así a un pH alto y formación de precipitados, separación de los precipitados del resto de la disolución acuosa, y una segunda etapa de separación, de concentración de la disolución acuosa restante, enfriado del concentrado, formando así precipitados, y separación de los precipitados de la disolución acuosa.

10 El documento EP 0 340 716 A describe que los costes de construcción de un procedimiento para preparar compuestos epoxi a partir de compuestos aromáticos que contienen un átomo reactivo de hidrógeno activo con una epihalohidrina haciendo reaccionar tales compuestos con una epihalohidrina en presencia de un hidróxido de un metal alcalino mientras se controla el contenido de agua en la mezcla de reacción y eliminando posteriormente la sal de haluro de metal alcalino de la mezcla de reacción se hace menos costoso empleando un medio de extracción de agua para separar las sales de haluro de metal alcalino de la mezcla de productos de reacción que contiene el producto epoxi.

15 Semendyaeva N.D. *et al*, Khimicheskaya Promyshlennost, Seriya: Khlornaya Promyshlennost, vol. 5, 1981 (resumen) se refiere a la purificación de aguas residuales procedentes de la producción de epiclorhidrina.

20 El documento US 4.126.526 describe un proceso integrado para la producción electrolítica de cloro y la producción de un óxido de olefina mediante clorhidrina, en el que la clorhidrina se pone en contacto con una disolución acuosa de hidróxido de sodio y cloruro de sodio del compartimento del cátodo de una celda electrolítica, para producir el óxido y salmuera, la salmuera se pone en contacto con cloro gas para oxidar las impurezas orgánicas a fragmentos orgánicos volátiles, que se eliminan de la salmuera, antes de reciclar la salmuera a la celda electrolítica.

El documento WO 99/51523 se refiere a un procedimiento para separar sales de amonio cuaternario (SC) de la disolución de salmuera, el procedimiento usa un adsorbente seleccionado del grupo que consiste en carbón activado y resina pirolizada sulfonada de poliestireno divinilbenceno, o mezclas de los mismos que ayudan a la separación de la sal de amonio cuaternario (SC).

## 25 **Resumen de la descripción**

Las realizaciones descritas en la presente memoria están dirigidas a procedimientos de recuperación y/o purificación de composiciones de sal sólida, tales como productos secundarios de sal procedentes de la producción de resinas epoxi, y particularmente a la purificación de composiciones de sales sólidas para obtener salmuera limpia purificada, salmuera limpia que es adecuada para su reutilización, tal como reciclado, o descarte.

30 Las realizaciones descritas en la presente memoria proporcionan métodos para purificar una composición de sal sólida, que incluyen:

separar la sal sólida de una fase orgánica que contiene resina epoxi y al menos uno de epihalohidrina y disolvente para obtener una sal sólida separada;

35 lavar la sal sólida separada con al menos un disolvente para reducir una cantidad de resina epoxi retenida en la sal sólida;

secar la sal lavada a una temperatura para reducir una cantidad de componentes volátiles en la sal sólida para obtener una sal sólida que tiene un contenido reducido de componentes volátiles;

disolver la sal sólida que tiene un contenido reducido de componentes volátiles en agua para formar una salmuera; y

40 retirar la materia insoluble de la salmuera por filtración o por flotación por aire disuelto a presión y después retirar los contaminantes orgánicos solubles por adsorción en carbón para formar una salmuera purificada;

en los que la materia insoluble es un producto secundario polimérico o resina epoxi.

45 La purificación de una composición de sal sólida se puede realizar en un aparato que incluye: una unidad de filtro para separar la sal sólida de una fase orgánica que contiene resina epoxi y al menos uno de epihalohidrina y disolvente para obtener una sal sólida separada; una unidad de lavado para lavar la sal sólida separada con al menos un disolvente para reducir una cantidad de resina epoxi retenida en la sal sólida; una unidad de secado para secar la sal lavada a una temperatura para reducir una cantidad de componentes volátiles en la sal sólida para obtener una sal sólida que tiene un contenido reducido de componentes volátiles; una unidad de disolución para disolver la sal sólida que tiene un contenido reducido de componentes volátiles en agua formando salmuera; una unidad de separación para separar la materia insoluble de la salmuera; y una unidad de purificación para separar la materia orgánica soluble de la salmuera.

50 La separación de la sal sólida de una sal orgánica puede incluir someter la composición de sal sólida a separación física. La separación de la sal sólida de una sal orgánica puede incluir también someter la composición de sal sólida

a filtración o centrifugación. La filtración se puede realizar usando al menos uno de un filtro a presión, un filtro a vacío y un filtro de cinta. La centrifugación se puede realizar usando al menos uno de centrifugas de tipo decantador y centrifugas de tipo filtro.

5 La separación de la sal sólida de una sal orgánica puede incluir reducir el contenido de líquido de la sal sólida para que la sal sólida contenga menos de 50% en peso de líquido, menos de 30% en peso de líquido, o menos de 20% en peso de líquido.

10 El al menos un disolvente puede incluir al menos un disolvente capaz de reducir una cantidad de resina epoxi retenida en la sal sólida mientras no disuelve la sal sólida. En algunas realizaciones, el al menos un disolvente no contiene componentes de volatilidad baja que son difíciles de evaporar. En una familia de realizaciones, el al menos un disolvente puede incluir epiclohidrina.

El secado se puede realizar a una temperatura de hasta aproximadamente 300°C en algunas realizaciones, hasta aproximadamente 200°C en otras realizaciones, hasta aproximadamente 150°C en otras realizaciones; y a una temperatura de al menos aproximadamente 60°C, o a una temperatura de al menos aproximadamente 100°C, en varias realizaciones. En una familia de realizaciones, el secado se puede realizar en presencia de un gas inerte.

15 Después del lavado y antes del secado, la sal sólida lavada se puede someter a tratamiento para reducir una cantidad de líquido en la sal sólida. En varias realizaciones la salmuera puede tener una concentración de sal entre 5 y 25% en peso, o una concentración de sal entre 25 y 25% en peso.

#### Breve descripción de los dibujos

20 Las realizaciones de la presente descripción se describen adicionalmente en la descripción detallada a continuación, en referencia a las figuras de los dibujos a modo de ejemplo no limitante, en las que:

La única figura ilustra un aparato que incluye unidades opcionales para obtener salmuera purificada.

#### Descripción detallada

25 A menos que se indique de otra manera, una referencia a un compuesto o componente incluye el compuesto o componente en sí mismo, así como en combinación con otros compuestos o componentes, tales como mezclas de compuestos.

Como se usa en la presente memoria, las formas en singular “un”, “una”, y “el”, “la” incluyen referencia al plural a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

30 Excepto en los casos en que se indique de otra manera, se debe entender que todos los números que expresan cantidades de ingredientes, condiciones de reacción, etcétera, usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones están modificados en todos los casos por el término “aproximadamente”. Por consiguiente, a menos que se indique lo contrario, los parámetros numéricos fijados en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas siguientes son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades que se desea obtener mediante realizaciones de la presente descripción. Por lo menos, y no debe considerarse como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes del alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico debe interpretarse 35 teniendo en cuenta el número de cifras significativas y los convenios habituales de redondeo.

Adicionalmente, la relación de intervalos numéricos en esta memoria descriptiva se considera como una descripción de todos los valores numéricos e intervalos dentro de ese intervalo. Por ejemplo, si un intervalo va de aproximadamente 1 a aproximadamente 50 se considera que incluye, por ejemplo, 1, 7, 34, 46,1, 23,7, o cualquier otro valor o intervalo dentro del intervalo.

40 Las realizaciones descritas en la presente memoria se pueden usar para la purificación de composiciones de sal sólida, particularmente composiciones azeotrópicas de sal sólida. Las realizaciones descritas en la presente memoria también se refieren a la formación de salmuera purificada y al uso de la salmuera purificada, tal como el uso para reciclado en un procedimiento y/o el uso en un procedimiento separado, y también para el desechado de la salmuera.

45 Las composiciones de sal sólida pueden incluir composiciones de sal sólida de haluros de metales alcalinos o composiciones de sal sólida de haluros de metales alcalinotérreos, tales como, pero no limitadas a composiciones de sal sólida de cloruro de sodio, cloruro de potasio y cloruro de calcio.

50 Las composiciones de sal sólida que se purifican conforme a realizaciones descritas en la presente memoria pueden proceder de varios procesos y la salmuera purificada se puede utilizar en varios procesos. Por ejemplo, las composiciones que se purifican pueden incluir composiciones, que incluyen los productos secundarios, de, sin limitaciones, la reacción de bisfenol A con epiclohidrina e hidróxido de sodio para preparar una resina epoxi; la producción de epoxi noloacs líquidas por reacción de bisfenol F novolacs con epihalohidrininas e hidróxidos de metales alcalinos; la reacción de otros compuestos fenólicos con epihalohidrininas para producir resina epoxi; y la reacción de otros com-

puestos químicos que contienen -OH con epihalohidrinatas para producir una resina epoxi, que incluyen alcoholes mono- o multi-funcionales, ácidos carboxílicos, etc. Las epihalohidrinatas pueden ser, por ejemplo, epiclorhidrina y/o epibromhidrina.

5 Las realizaciones descritas en la presente memoria están dirigidas a procedimientos para la recuperación de sal  
producto secundario de la producción de resina epoxi y para la purificación para la obtención de salmuera limpia,  
salmuera limpia que es adecuada para su reutilización, tal como reciclado, o para su descarga. Por ejemplo, las  
realizaciones descritas en la presente memoria pueden ser especialmente útiles en la purificación de salmuera aso-  
ciada con procedimientos y sistemas que implican la producción de resinas epoxi por reacción de bisfenol A con  
10 epihalohidrina e hidróxidos de metales alcalinos, en la que el reactor usa secado azeotrópico para formar una sal  
sólida.

Por ejemplo, las realizaciones descritas en la presente memoria pueden ser útiles en procedimientos, tales como los  
descritos en la patente de los EE.UU. nº 4.751.280, que conciernen a la preparación de derivados de glicidilo de  
compuestos aromáticos que contienen un átomo reactivo de hidrógeno activo con una epihalohidrina. Tales proce-  
15 dimientos pueden incluir hacer reaccionar un exceso molar de al menos una epihalohidrina con al menos un com-  
puesto aromático que contiene un átomo reactivo de hidrógeno activo con una epihalohidrina en presencia de un  
disolvente orgánico o una mezcla de disolventes orgánicos, un hidróxido de un metal alcalino y opcionalmente  
en presencia de un catalizador para la reacción entre el compuesto aromático que contiene hidrógeno activo y la epiha-  
lohidrina mientras se controla la concentración de agua en la mezcla de reacción.

20 Así, por ejemplo, en los métodos de producción de resinas epoxi que implican la formación de sal sólida, tal como el  
acoplamiento/epoxidación con secado azeotrópico o la epoxidación, el efluente del reactor de producción de la resi-  
na epoxi es un barro espeso que incluye sal sólida y una mezcla líquida orgánica de resina epoxi, la epihalohidrina, y  
opcionalmente uno o más de otros disolventes. El efluente del reactor se puede procesar directamente conforme a  
realizaciones descritas en la presente memoria. Alternativamente, la epihalohidrina y otros componentes volátiles se  
25 pueden evaporar de la resina epoxi y la sal, seguida de la adición de un segundo disolvente o mezcla de disolventes  
para dar un barro espeso de la sal sólida y una mezcla de líquidos orgánicos de resina epoxi y el segundo disolvente  
o mezcla de disolventes, que puede procesarse entonces conforme a los métodos descritos en la presente memoria.

En una realización, se puede separar la sal sólida del líquido orgánico por filtración o centrifugación; se puede lavar  
la sal sólida con epihalohidrina y/o disolvente; se puede secar la sal para eliminar los componentes volátiles; se  
puede disolver la sal en agua para formar una salmuera; se puede tratar la salmuera para eliminar sólidos por filtra-  
30 ción o por flotación por aire disuelto a presión; también se puede tratar la salmuera para eliminar componentes orgá-  
nicos solubles, por adsorción sobre carbón.

Conforme a realizaciones descritas en la presente memoria, se puede obtener salmuera de elevada pureza que  
contiene poca contaminación orgánica. Por ejemplo, en varias realizaciones la salmuera purificada contiene menos  
de 100 ppm de carbono orgánico total (TOC, por sus siglas en inglés); menos de 20 ppm de TOC en otras realiza-  
35 ciones; menos de 10 ppm de TOC en otras realizaciones; y 5 ppm de TOC o menos en aún otras realizaciones. La  
salmuera purificada puede ser adecuada como materia prima para otros procedimientos de fabricación. La salmuera  
purificada conforme a realizaciones descritas en la presente memoria puede por lo tanto usarse en una variedad de  
procesos, que incluyen pero no están limitados a, procesos de producción de cloro-álcali y de ceniza de soda. La  
salmuera también es de pureza suficiente para cumplir con los estándares para descarga en un océano u otra vía  
40 fluvial salina sin tratamiento adicional distinto de una dilución opcional.

La sal sólida se puede separar de la fase orgánica, tal como la fase orgánica que contiene la resina epoxi y epiha-  
lohidrina y/o un disolvente, mediante una o más técnicas físicas de separación del sólido que incluyen, pero no están  
limitadas a, decantación, sedimentación por gravedad, filtración, centrifugación de tipo filtración, o centrifugación de  
tipo sedimentación. La separación de la sal sólida se puede realizar en un equipamiento en continuo o por lotes.

45 Así, la sal sólida se puede separar de la fase orgánica por filtración usando varios aparatos que incluyen, pero no  
están limitados a, filtros a presión, filtros a vacío, filtros rotatorios, filtros de tambor, filtros de disco o filtros de cinta, o  
una centrífuga de tipo filtro que incluye centrífugas de cesto, centrífugas de pantalla cónica, centrífugas de empuje y  
centrífugas con rasqueta, o una centrífuga de tipo sedimentador que incluye centrífugas de tazón sólido y centrífuga-  
s de tazón de tamiz.

50 En algunas realizaciones, la separación de la sal sólida se puede realizar para obtener una torta de la etapa de se-  
paración del sólido, a la que se extraen las aguas madres hasta un punto en el que contiene menos de 50% en peso  
de líquido; menos de 30% en peso de líquido en otras realizaciones; y menos de 20% en peso de líquido en aún  
otras realizaciones.

55 A continuación de la etapa de separación del sólido, el material resultante se puede lavar una o más veces con al  
menos un disolvente para reducir una cantidad de resina epoxi retenida en la torta de sal. El al menos un disolvente  
puede ser, sin limitaciones, cualquier disolvente que pueda reducir una cantidad de resina epoxi retenida en la sal  
sólida, por ejemplo, la torta de sal sólida, mientras no disuelva la sal sólida. En algunas realizaciones el al menos un  
disolvente es suficientemente volátil para eliminarse fácilmente por evaporación, y en el que la resina epoxi, la

epihalohidrina y/o el disolvente retenido en la torta de sal sean solubles. Además de la epihalohidrina, disolventes adecuados incluyen normalmente, por ejemplo, hidrocarburos halogenados, cetonas, alcoholes alifáticos, hidrocarburos aromáticos, glicoléteres y combinaciones de los mismos. Disolventes particularmente adecuados incluyen, por ejemplo, epiclorhidrina, tolueno, metilisobutilcetona, metiletilcetona, xileno, benceno, metanol, etanol, isopropanol, propilenglicol metiléter, y combinaciones de los mismos.

En algunas realizaciones, el disolvente usado para lavar la torta de sal es también el mismo que uno o más de los disolventes contenidos en el líquido retenido en la torta de sal sólida. Así, una torta de sal sólida que contiene resina epoxi y epihalohidrina se puede lavar con la epihalohidrina, por ejemplo. Como otro ejemplo, una torta de sal sólida que contiene resina epoxi, epihalohidrina y un codisolvente se puede lavar con epihalohidrina o con la mezcla epihalohidrina/codisolvente. Una torta de sal sólida que contiene resina epoxi y un disolvente, pero poco o ninguna epihalohidrina, se puede lavar de forma similar con el mismo disolvente.

La torta de sal sólida se lava, preferentemente, una o más veces y en algunas realizaciones, dos veces. La epiclorhidrina o disolvente usado para lavar la torta no contiene, preferentemente, resina u otros componentes de volatilidad baja que sean difíciles de evaporar. La temperatura a la que se lava la torta no es crítica. Sin embargo, la temperatura de la etapa de lavado puede ser de aproximadamente 5°C a 100°C en algunas realizaciones y más de 20°C a 80°C en otras realizaciones.

Después que la torta de sal sólida se ha lavado, el barro espeso que contiene la sal sólida lavada y el líquido orgánico de lavado se somete opcionalmente a una segunda etapa de separación sal/líquido para reducir la cantidad de líquido orgánico retenido en la torta de sal. En esta segunda etapa de separación sal/líquido opcional, la sal sólida se puede separar de la fase orgánica por filtración que incluye, pero no está limitada a, decantación, sedimentación por gravedad, filtración, centrifugación de tipo filtrado o centrifugación de tipo sedimentado. Así, la sal sólida se puede separar de la fase orgánica por filtración usando varios aparatos que incluyen, pero no están limitados a, filtros a presión, filtros a vacío, filtros rotatorios, filtros de tambor, filtros de disco o filtros de banda, o una centrífuga de tipo filtración que incluye centrifugas de cesto, centrifugas de pantalla cónica, centrifugas de empuje y centrifugas con rasqueta, o una centrífuga de tipo sedimentación que incluye centrifugas de tazón sólido y centrifugas de tazón de tamiz.

La separación de la sal sólida se puede realizar para obtener una torta de la etapa de separación del sólido de la que se extraen las aguas madres hasta un punto en el que contiene menos de 50% en peso de líquido en algunas realizaciones; menos de 30% en peso de líquido en otras realizaciones; y menos de 20% en peso de líquido en aún otras realizaciones.

La primera separación de la sal del líquido orgánico, la etapa de lavado y la segunda separación opcional de la sal del líquido orgánico de lavado se pueden conseguir en equipos separados. En algunas realizaciones la primera separación de la sal del líquido orgánico, la etapa de lavado y la segunda separación opcional de la sal del líquido orgánico de lavado se realizan cada uno en un equipo de una única pieza diseñado tanto para separar el sólido del líquido como para lavar la torta sólida. Equipos adecuados para la separación sólido/líquido y para el lavado combinados incluyen, pero no están limitados a, filtros rotatorios, filtros a presión, filtros a vacío, filtros de cinta, centrifugas de tazón sólido, centrifugas de tazón de tamiz, centrifugas de cesto, centrifugas de empuje y centrifugas con rasqueta.

En una realización, después de lavar la sal sólida con al menos un disolvente, se seca la sal a una temperatura elevada para eliminar los componentes volátiles. Los componentes volátiles que se pueden eliminar son, sin limitaciones, por ejemplo, la epihalohidrina, el disolvente o combinación de disolventes y otros productos secundarios de volatilidad alta del proceso de producción de la resina epoxi. La torta se seca para contener menos de 0,1% en peso de epihalohidrina y/o disolvente en algunas realizaciones; menos de 100 ppm de epihalohidrina y/o disolvente en otras realizaciones; y menos de 20 ppm de epihalohidrina y/o disolvente en aún otras realizaciones.

En algunas realizaciones la torta de sal sólida se seca a temperaturas de hasta aproximadamente 300°C en algunas realizaciones; hasta aproximadamente 200°C en otras realizaciones, hasta aproximadamente 150°C en otras realizaciones; y a una temperatura de al menos aproximadamente 60°C, o a una temperatura de al menos aproximadamente 100°C, en varias realizaciones. En otras realizaciones la torta de sal sólida se puede secar a temperaturas entre aproximadamente 40°C y 300°C; entre aproximadamente 60°C y 200°C en otras realizaciones; y entre aproximadamente 100°C y 150°C en aún otras realizaciones. La torta se puede secar a presiones entre aproximadamente 0,7 kPa (0,1 psia) y 310 kPa (45 psia) en algunas realizaciones; entre aproximadamente 28 kPa (4 psia) y 207 kPa (30 psia) en otras realizaciones; y entre 55 kPa (8 psia) y 138 kPa (20 psia) en aún otras realizaciones. La temperatura de secado debe estar por encima del punto de ebullición de la epiclorhidrina o el disolvente a la presión en el secador. Cuando se usa una combinación de disolventes, la temperatura de secado debe ser más alta que el punto de ebullición de cada uno de los disolventes a la presión en el secador.

El secado de la sal se puede conseguir por muchos métodos muy conocidos por los expertos en la técnica del secado de sólidos. El equipo de secado incluye, pero no está limitado a, tanto equipos de secado directo, en los que el sólido se seca por contacto directo con gases calientes, como equipos de secado indirecto, en los que el sólido se seca por transferencia de calor a través de una superficie sólida. Se puede utilizar secado por lotes o continuo.

Ejemplos de equipos de secado directo adecuados incluyen secadores rotatorios, secadores por pulverización, secadores instantáneos, secadores por convección, secadores de bandejas y secadores de lecho fluido. Ejemplos de equipos de secado indirecto adecuados incluyen secadores rotatorios, secadores de tambor, secadores de disco, secadores de tornillo y secadores de paletas.

5 Para los equipos de secado directo, los gases calientes usados pueden ser un gas inerte tal como, pero no limitado a nitrógeno, para reducir el riesgo de fuego o explosión. Para los equipos de secado indirecto, se puede usar opcionalmente un gas inerte tal como, pero no limitado a nitrógeno, cuando se seca la sal sólida para mejorar la eliminación de la epíclorhidrina y/u otros disolventes. Así, se puede añadir un gas inerte al secador en el que el secado está tenido lugar.

10 La sal sólida secada se disuelve en agua para formar una salmuera. La sal se disuelve preferentemente en agua para dar como resultado una salmuera que tiene una concentración de 5 a 25% en peso de sal en algunas realizaciones; una concentración de 15 a 25% en peso de sal en otras realizaciones. En algunas realizaciones la sal puede ser NaCl.

15 En algunas realizaciones el agua usada para disolver la sal no incluye contaminantes orgánicos e inorgánicos. Por ejemplo, se puede usar agua que se purifica para eliminar contaminantes, que incluyen contaminantes orgánicos e inorgánicos.

20 La salmuera se trata mediante una técnica que incluye una separación física, tal como filtración o flotación por aire disuelto a presión. La materia insoluble puede incluir un producto secundario polimérico formado en los reactores de producción de la resina epoxi y una pequeña cantidad de resina epoxi producto que queda retenido en la torta. La salmuera se trata para eliminar la materia insoluble por filtración o flotación por aire disuelto a presión.

Se puede usar una ayuda para la filtración tal como, pero no limitada a, tierra de diatomeas, perlita y/o cascarilla de arroz calcinada, para mejorar la capacidad de eliminar la materia insoluble por filtración.

25 Después de que se han eliminado los sólidos de la salmuera, la salmuera se purifica para eliminar componentes orgánicos solubles. El método de purificación es la adsorción. La purificación por adsorción se puede conseguir usando una variedad de adsorbentes, que incluyen carbón activado. Los métodos de tratamiento biológico son muy conocidos por los expertos en la técnica, e incluyen bioxidación, biorreactores de membrana, tratamiento aerobio y anaerobio, y otros métodos. Se puede usar también una combinación de uno o más métodos de purificación.

30 En algunas realizaciones la salmuera se purifica por adsorción sobre carbón. El carbón activado para adsorción sobre carbón se puede preparar a partir de hulla, cáscaras de coco y otras fuentes de carbón. Los lechos de adsorción sobre carbón se dimensionan para eliminar componentes orgánicos con una frecuencia de renovación preferentemente mayor de una semana, más preferentemente mayor de dos semanas. Se pueden usar uno o más lechos de carbón en serie o en paralelo.

35 Dado que se usa la purificación por adsorción, los sólidos y otros componentes insolubles se pueden eliminar de la salmuera antes del lecho de adsorción, para evitar oclusiones de los lechos de adsorción. Por ejemplo, se eliminan más de 95% en peso de los sólidos y componentes insolubles, que incluyen el polímero y la resina epoxi. En algunas realizaciones la tasa de eliminación es tal que los lechos de adsorción no se tienen que reemplazar con una frecuencia mayor de una vez cada dos semanas.

40 La salmuera formada después de disolver la sal puede contener suficientes componentes orgánicos para formar una segunda fase líquida debido a que se ha excedido la solubilidad de esos líquidos en la salmuera. Esta segunda fase líquida puede separarse opcionalmente de la salmuera antes de destilar la salmuera para eliminar el resto de componentes orgánicos volátiles. La segunda fase líquida se puede separar por decantación u otro medio adecuado. La decantación se puede conseguir usando decantadores por gravedad, decantadores centrifugos, coalescencia seguida de decantación por gravedad, u otros dispositivos de decantación.

45 Una vez se ha obtenido la salmuera purificada mediante realizaciones como se ha descrito anteriormente, la salmuera se puede, opcionalmente, cristalizar, deshidratar y secar, secar por pulverización, o secar por cualquiera otra técnica razonable para obtener una sal sólida purificada producto.

Además, la salmuera que se trata hasta un grado deseado de purificación se puede diluir para reducir la concentración de sal y descargar en un océano u otra vía fluvial salina.

50 Las realizaciones descritas en la presente memoria se pueden usar en varios aparatos y los aparatos se pueden combinar de varias maneras para obtener la purificación de la composición de sal sólida. Por ejemplo, como se ilustra en la figura, la composición de sal sólida se puede alimentar a través de la línea 1 a una unidad de filtro 2 para separar la sal sólida de una fase orgánica que contiene resina epoxi y al menos uno de epihalohidrina y disolvente para obtener una sal sólida separada. La sal sólida separada se puede alimentar a través de la línea 3 a la unidad de lavado 4 en la que la sal sólida separada se lava con al menos un disolvente para reducir una cantidad de resina epoxi retenida en la sal sólida. La sal sólida lavada se puede alimentar a través de la línea 5 a la unidad de extra-

ción de aguas madres opcional 6 y a continuación alimentarse a través de la línea 7 a la unidad de secado 9 para extraer las aguas madres de la sal sólida lavada antes de secar, o se puede alimentar directamente la unidad de secado 9 a través de la línea 8 para secar la sal lavada a una temperatura para reducir una cantidad de componentes volátiles en la sal sólida para obtener una sal sólida que tiene un contenido reducido de componentes volátiles.

5 La sal sólida secada procedentes de la unidad de secado 9 se puede alimentar a través de la línea 10 a la unidad de disolución 11 para disolver la sal sólida que comprende componentes volátiles reducidos en agua para formar una salmuera. La salmuera se puede alimentar a través de la línea 12 a la unidad de separación 13 para separar la materia insoluble de la salmuera. La salmuera se puede alimentar a través de la línea 14 a la unidad de purificación 15 para eliminar la materia orgánica soluble de la salmuera. La salmuera separada se puede alimentar a continuación

10 mediante la línea 16 para al menos uno de reciclado, almacenamiento, desechado y uso en otro proceso.

### Ejemplos

Los ejemplos siguientes son con propósito ilustrativo solamente y no pretenden limitar el alcance de las realizaciones descritas en la presente memoria. A menos que se indique de otra manera, las unidades son porcentaje en peso.

#### 15 Ejemplo 1

Se alimentó una centrífuga con rasqueta con un producto de reacción procedente de un reactor de producción de resina epoxi líquida, que incluía resina epoxi líquida, epiclorhidrina, 1-metoxi-2-propanol, sal NaCl sólida y polímero de tipo glicerol. En la centrífuga con rasqueta se extrajeron las aguas madres de la sal y se lavó dos veces con epiclorhidrina para reducir el contenido de resina epoxi, lo que dio como resultado una torta de sal que contenía

20 aproximadamente 15% de epiclorhidrina. Se trasladó la torta de sal húmeda a un secador de paletas rotatorio mediante un tornillo transportador. El secador de paletas rotatorio se calentó mediante vapor a 150°C para evaporar la epiclorhidrina y otros componentes volátiles de la sal, y se introdujo una pequeña cantidad de nitrógeno en el secador para facilitar la eliminación de la epiclorhidrina. La sal secada, que contenía menos de 20 ppm de epiclorhidrina, se disolvió en agua en un tanque con agitación para dar como resultado una salmuera que contenía aproximadamente

25 18% de NaCl. La salmuera se sometió a dos etapas de flotación por aire disuelto a presión para eliminar el polímero, la resina epoxi y otros sólidos. Se pasó entonces la salmuera a través de dos lechos de adsorción sobre carbón que contenían carbón activado basado en hulla. Se midió el contenido en carbono orgánico total (TOC, por sus siglas en inglés) de la salmuera y se encontró que contenía < 5 ppm de TOC.

#### Ejemplo 2

30 Se alimentó una centrífuga con rasqueta con un producto de reacción procedente de un reactor de producción de resina epoxi líquida, que incluía resina epoxi líquida, epiclorhidrina, 1-metoxi-2-propanol, sal NaCl sólida y polímero de tipo glicerol. En la centrífuga con rasqueta se extrajeron las aguas madres de la sal y se lavó dos veces con epiclorhidrina para reducir el contenido de resina epoxi, lo que dio como resultado una torta de sal que contenía

35 aproximadamente 15% de epiclorhidrina. Se trasladó la torta de sal húmeda a un secador de paletas rotatorio mediante un tornillo transportador. El secador de paletas rotatorio se calentó mediante vapor a 150°C para evaporar la epiclorhidrina y otros componentes volátiles de la sal, y se introdujo una pequeña cantidad de nitrógeno en el secador para facilitar la eliminación de la epiclorhidrina. La sal secada, que contenía menos de 20 ppm de epiclorhidrina, se disolvió en agua en un tanque con agitación para dar como resultado una salmuera que contenía aproximadamente

40 18% de NaCl. La salmuera se filtró usando un filtro semi-continuo para eliminar el polímero, la resina epoxi y otros sólidos. En la etapa de filtración se usó un medio de filtración de polipropileno y tierra de diatomeas como ayuda de filtración. Se pasó entonces la salmuera a través de dos lechos de adsorción sobre carbón que contenían carbón activado basado en hulla. Se midió el contenido en TOC de la salmuera y se encontró que contenía < 5 ppm de TOC

45 Como se ha descrito anteriormente, las realizaciones descritas en la presente memoria proporcionan procedimientos para recuperación una sal producto secundario de la producción de resina epoxi y para purificación de salmuera. Los procedimientos descritos en la presente memoria pueden proporcionar uno o más de recuperación de una sal de pureza elevada y una salmuera de pureza elevada. La sal y la salmuera así recuperadas pueden ser adecuadas para su reutilización. Alternativamente, debido a la recuperación de una salmuera de pureza elevada, la salmuera puede ser adecuada para su descarga, tal como a un océano u otra vía fluvial salina sin tratamiento adicional.

50 Aunque la descripción incluye un número limitado de realizaciones, los expertos en la técnica, obteniendo beneficio de esta descripción, apreciarán que se pueden concebir otras realizaciones que no se apartan del alcance de la presente descripción. Por consiguiente, el alcance se debe estar limitado solamente por las reivindicaciones adjuntas.

55

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para purificar una composición de sal sólida, método que comprende:
  - separar la sal sólida de un líquido orgánico que contiene resina epoxi y al menos uno de epihalohidrina y disolvente para obtener una sal sólida separada;
  - 5 lavar la sal sólida separada con al menos un disolvente para reducir una cantidad de resina epoxi retenida en la sal sólida;
  - secar la sal lavada a una temperatura para reducir una cantidad de componentes volátiles en la sal sólida para obtener una sal sólida que tiene un contenido reducido de componentes volátiles;
  - 10 disolver la sal sólida que tiene un contenido reducido de componentes volátiles en agua para formar una salmuera; y
  - eliminar la materia insoluble de la salmuera por filtración o por flotación por aire disuelto a presión y después eliminar los contaminantes orgánicos solubles por adsorción sobre carbón para formar una salmuera purificada;
  - en el que la materia insoluble es un producto secundario polimérico o resina epoxi.
- 15 2. El método de la reivindicación 1, en el que la materia insoluble se elimina mediante flotación por aire disuelto a presión.
3. El método de la reivindicación 1, en el que la materia insoluble se elimina por filtración.
4. El método de la reivindicación 3, en el que se usa una ayuda de filtración para mejorar la eliminación de la materia insoluble por filtración.
- 20 5. El método de la reivindicación 4, en el que la ayuda de filtración se selecciona de tierra de diatomeas, perlita y cascarilla de arroz calcinada.
6. El método de la reivindicación 1, en el que la materia insoluble se elimina por filtración, en el que la filtración se realiza usando un filtro semi-continuo y en el que se usa un medio de filtración de polipropileno y tierra de diatomeas como ayuda de filtración en la etapa de filtración.

25

FIGURA

