

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 584 352**

51 Int. Cl.:

C02F 1/469 (2006.01)

C02F 1/461 (2006.01)

C02F 1/46 (2006.01)

H01B 1/24 (2006.01)

H01B 13/00 (2006.01)

C02F 103/10 (2006.01)

C02F 101/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.11.2013 E 13789836 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.04.2016 EP 2931665**

54 Título: **Electrodo impregnado para desionización capacitiva, proceso para preparar el electrodo y su uso en tratamiento de aguas, así como aparato que emplea los electrodos**

30 Prioridad:

11.12.2012 EP 12196471

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

27.09.2016

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**ALENCERRY, TINTO JOHNICHAN;
GHOSH, SOMNATH y
RAJANARAYANA, VENKATARAGHAVAN**

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 584 352 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

Electrodo impregnado para desionización capacitiva, proceso para preparar el electrodo y su uso en tratamiento de aguas, así como aparato que emplea los electrodos

5

Campo de la invención

La invención se refiere a electrodos para desionización capacitiva.

10 **Antecedentes de la invención**

Existe disponibilidad de diversas tecnologías para la purificación de agua. La lista incluye radiación ultravioleta (UV), agentes de purificación química tales como sales de hipoclorito así como el uso de diversas membranas. Las tecnologías enumeradas no proporcionan desionización. No obstante otros métodos tales como destilación, ósmosis inversa, desionización capacitiva y resinas de intercambio iónico proporcionan desionización.

15

La desionización es necesaria si el agua contiene muchos sólidos disueltos, a menudo medidos como TDS de agua (sólidos totales disueltos). Los purificadores que desionizan agua tienen generalmente un mecanismo incorporado (por ejemplo, un medidor de conductividad) para detectar los sólidos totales disueltos. Siempre que los sólidos totales disueltos se encuentren por debajo de un límite prefijado, el usuario puede recoger agua purificada a través de un puerto dispensador/grifo. Una fase es cuando incluso el agua purificada excede este límite prefijado. En esta fase, el sensor inmediatamente detecta el cambio y corta el suministro de agua al puerto/grifo. El agua se deriva entonces a una salida destinada a agua de desecho. Este nivel predefinido ($TDS_{\text{referencia}}$) se fija habitualmente después de tener en cuenta los TDS promedio del agua de entrada y los TDS promedio del agua purificada que se desean por los consumidores. Para proporcionar un buen sabor, es necesaria alguna cantidad de TDS en el agua.

20

25

Durante un proceso típico de desionización capacitiva, el agua fluye a través de uno o más pares de electrodos cargados de forma opuesta durante lo que son atraídos y adsorbidos en la superficie de electrodos iones que están presentes en el agua. Este fenómeno da como resultado una disminución de los TDS. La adsorción es un fenómeno de superficie que está limitado por el área superficial disponible de los electrodos. Los purificadores de agua comerciales que contienen electrodos de desionización capacitiva habitualmente contienen una disposición de una serie de electrodos que se cargan y se descargan cíclicamente. El agua que fluye a través de este apilamiento de electrodos se desioniza en continuo durante el ciclo de carga.

30

35

No obstante, el rendimiento de cualquier electrodo disminuye en general a lo largo de un periodo de uso. Después el dispositivo ya no es capaz de proporcionar el grado de reducción de los TDS deseado. Esto se cree que es debido a la deposición de sales en los electrodos. Este fenómeno afecta a la vida útil de los electrodos. Sin embargo, los consumidores quieren electrodos que duren más.

40

En el proceso de desionización capacitiva, la pureza del agua se evalúa por medio de un parámetro predicho denominado $TDS_{\text{referencia}}$. El agua que contiene más TDS que el valor de referencia se considera impura y por lo tanto no adecuada para su consumo. En otras palabras, dicha agua contiene cantidad elevada de sólidos disueltos, principalmente sales inorgánicas que hacen que sea no potable. Por el contrario, siempre que los TDS del agua purificada (o de salida) sean inferiores al $TDS_{\text{referencia}}$, el agua sigue siendo apta para el consumo.

45

El rendimiento de cualquier sistema CDI se mide mediante dos parámetros.

El primero es el grado de reducción de los TDS producido por el sistema y el segundo se denomina recuperación que se define como la relación de agua purificada con respecto a la captación total de agua.

50

Un electrodo preferente es aquel que continúa ofreciendo agua pura durante un periodo lo más largo posible, con una recuperación elevada y que es consecuente en proporcionar más eliminación de TDS.

El documento US 2012187054 A1 (SAMSUNG ELECTRONICS CO LTD) divulga el uso de un material absorbente de metales en electrodos para eliminar contaminantes metálicos del agua de entrada mediante adsorción.

55

El documento EP 1601617 B1 (MORGANITE ELECT CARBON) divulga la inclusión de metales en electrodos para lixiviar metales en el agua por electrólisis para formar electrofloculantes para reducir la turbidez del agua impura de entrada. Un electrodo significativo tiene del 1 al 90 % de matriz de carbono basado en grafito y hasta el 40 % de metales tales como aluminio, cobre, plata, níquel, hierro.

60

El documento WO 2008016671 A1 (Quos Inc, Estados Unidos) divulga electrodos compuestos basados en carbono fabricados de un aglutinante de resina, negro de carbón y/o grafito como adsorbentes activos y óxidos metálicos como promotores de adsorbentes. Se indica que también puede añadirse alguna cantidad de metales tales como plata u oro a los electrodos para lograr una mejor conductividad.

65

El documento DE 10013457 A1 (Noack Andreas, 2001) divulga un aparato para purificar agua que comprende un alojamiento y al menos dos electrodos cargados eléctricamente opuestos, comprendiendo uno de los mismos una membrana de carbono porosa sobre un soporte poroso. El aparato para purificar agua comprende un alojamiento y al menos dos electrodos cargados eléctricamente opuestos, comprendiendo uno de los mismos una membrana de carbono porosa sobre un soporte poroso.

Los electrodos del caso anterior están destinados a la eliminación de microcontaminantes metálicos pero no se pretenden para la reducción de sales inorgánicas/TDS. En este último caso, los electrodos se usan para lixiviar iones metálicos en agua para electrofloculación, que es un método de reducción de la turbidez. No aborda ningún problema técnico sobre la reducción de sales inorgánicas ni de TDS.

Un objeto de la invención es proporcionar un electrodo que proporcione una recuperación potenciada, así como una eliminación superior de TDS.

Sumario de la invención

Se ha determinado que al menos algunos de los problemas pueden resolverse si el medio adsorbente está preimpregnado con una cantidad especificada de una sustancia seleccionada de oro, plata, cobre y platino.

Por lo tanto, según un primer aspecto se divulga un electrodo para desionización capacitiva que tiene:

(i) un adsorbente que tiene un área superficial específica de 100 a 1300 m²/g,

(ii) negro de carbón conductor, y

(iii) un aglutinante;

en el que dicho adsorbente está preimpregnado con una sustancia seleccionada de oro, plata, cobre y platino y en el que el porcentaje de la sustancia preimpregnada en dicho adsorbente es del 0,2% al 0,8 % en peso del adsorbente.

Descripción detallada

El electrodo divulgado para desionización capacitiva incluye:

(i) un adsorbente que tiene un área superficial específica de 100 a 1300 m²/g,

(ii) negro de carbón conductor, y

(iii) un aglutinante;

en el que el adsorbente está preimpregnado con una sustancia seleccionada de oro, plata, cobre y platino y en el que el porcentaje de la sustancia preimpregnada en dicho adsorbente es del 0,2 % al 0,8 % en peso del adsorbente.

La desionización capacitiva es una tecnología novedosa para la desionización de agua salobre que tiene normalmente de 300 a 3000 ppm de TDS. El principio de trabajo es electrosorción o electroadsorción, en el que iones presentes en agua son adsorbidos en los electrodos con el influjo de un campo eléctrico aplicado. Un ciclo típico de desionización capacitiva incluye una etapa de purificación y una etapa de regeneración.

El proceso de desionización capacitiva requiere electrodos como un sustrato para la electrosorción de iones para reducir los sólidos disueltos totales contenidos en agua de entrada.

El adsorbente

El adsorbente preferente se selecciona de carbono activado, grafito de área superficial específica elevada (HSAG), nanotubos de carbono (CNT), fibra de carbono activado, una resina de intercambio catiónico, zeolitas, esmectita o vermiculita. Un adsorbente particularmente preferente es carbono activado. Es preferente que el carbono activado se obtenga de carbón bituminoso, cáscara de coco, madera o alquitrán de petróleo. Preferentemente el área superficial del carbono activado es superior a 500 m²/g; más preferentemente superior a 1000 m²/g. Es preferente que el coeficiente de uniformidad de tamaño del carbono activado sea inferior a 2, más preferentemente inferior a 1,5.

Es preferente que el índice de tetracloruro de carbono del carbono activado sea superior al 50 %, más preferentemente superior al 60 %. Es más preferente que el índice de yodo del carbono activado sea superior a 800 unidades, más preferentemente superior a 1000 unidades. Más preferentemente, el tamaño de partícula del carbono activado es de 75 a 300 µm, preferentemente de 100 a 250 µm.

Las formas modificadas de carbono activado que incluyen tejido de carbono, fieltro de carbono, aerogel de carbono

también pueden usarse en lugar o además del carbono activado.

Negro de carbón conductor

5 El negro de carbón conductor es una forma de carbono elemental. El negro de carbón conductor se produce en su mayor parte mediante el proceso de horno de aceite a partir de hidrocarburos aromáticos líquidos. Al seleccionar negro de carbón para electrodos, los factores preferentes y los importantes son el área superficial total y el área superficial de mesoporos, la estructura y la oxidación superficial.

10 El área superficial total del negro de carbón conductor es preferentemente superior a 500 m²/g. Además, es preferente que el área de mesoporos del negro de carbón conductor sea superior a 100 m²/g, más preferentemente en el intervalo de 100 m²/g a 1000 m²/g.

15 La estructura de negro de carbón se caracteriza por su índice de absorción de aceite (OAN). Es preferente que el OAN del negro de carbón sea de 45 a 400 cm³/100 gramos, más preferentemente de 100 a 400 cm³/100 g, aún más preferentemente de 250 a 400 cm³/100 g. Es preferente que el negro de carbón conductor tenga una cantidad reducida de oxígeno quimisorbido en su superficie.

20 Los grados adecuados de negro de carbón pueden seleccionarse de carbono de grafito 5 TIMCAL (Grados: Ensaco™ 250G, Ensaco™ 350) o de Cabot Corporation (Grados: Regal™, Black Pearl™ 2000, Vulcan), o de Evonovik (Grado: PRINTEX™ XE-2), o de Akzo Nobel (Ketjen Black).

El aglutinante

25 El electrodo también contiene un aglutinante. Preferentemente el aglutinante es termoplástico. La expresión aglutinante termoplástico significa un aglutinante que tiene un índice de fluidez (MFR) inferior a 5 g/10 minutos, más preferentemente inferior a 2 g/10 minutos, aún más preferentemente inferior a 1 g/10 minutos. La densidad aparente del aglutinante es preferentemente inferior o igual a 0,6 g/cm³, más preferentemente inferior o igual a 0,5 g/cm³ y aún más preferentemente inferior o igual a 0,25 g/cm³.

30 Los ejemplos adecuados incluyen polímero de peso molecular ultraalto preferentemente polietileno, polipropileno y combinaciones de los mismos, que tienen estos valores de MFR bajos. El peso molecular está preferentemente en el intervalo de 10⁶ a 10⁹ g/mol. Aglutinantes de esta clase están comercialmente disponibles con las denominaciones comerciales HOSTALEN de Tycona GMBH, GUR, Sunfine (de Asahi, Japón), Hizex (de Mitsubishi) y de Brasken Corp (Brasil). Otros aglutinantes adecuados incluyen LDPE comercializado como Lupolen (de Basel Polyolefins) y LLDPE de Qunos (Australia).

Se prefiere que el aglutinante termoplástico no sea un polímero fibrilado, por ejemplo politetrafluoroetileno (PTFE).

40 Se prefiere que el tamaño de partícula del aglutinante termoplástico se encuentre en el intervalo de 20 a 60 µm, preferentemente de 40 a 60 µm. Los electrodos preferentes contienen del 8 al 30 % en peso, más preferentemente del 10 al 30 % en peso, aún más preferentemente del 12 al 28 % en peso de aglutinante.

45 La relación de carbono activado: aglutinante: negro de carbón conductor se encuentra preferentemente en el intervalo de 5:2:3 a 8:1:0,5, más preferentemente en el intervalo de 7:2:1 en peso.

La sustancia

50 En los filtros divulgados, el adsorbente está preimpregnado con una sustancia seleccionada de oro, plata, cobre y platino.

55 Se cree que la conductividad eléctrica aumentada del adsorbente debido a la presencia de dicha sustancia proporciona una recuperación aumentada y una reducción superior en sólidos totales y proporciona más eficacia energética. Se cree que el aumento de la conductividad eléctrica reduce la resistencia del material activo conduciendo por lo tanto a una caída de potencial inferior dentro del material y en consecuencia se desarrolla un potencial superior en la interfaz electrodo-solución. Este fenómeno aumenta la capacidad de los electrodos para reducir el contenido de sal (TDS). También aumenta la cinética del proceso de eliminación de sales. Como resultado, se cree que la recuperación del sistema de desionización capacitiva aumenta.

60 El porcentaje de la sustancia preimpregnada sobre el adsorbente, tal como carbono activado, es del 0,2 % al 0,8 % en peso del adsorbente, más preferentemente del 0,2 al 0,5 % del adsorbente. La plata se prefiere particularmente. La plata tiene una conductividad de 6,3 x 10⁷ S/m y un potencial de reducción estándar de 0,8 V con respecto al electrodo de hidrógeno estándar. El adsorbente usado está preimpregnado con la sustancia.

65 Otros detalles del electrodo

El electrodo del primer aspecto de la invención se puede obtener preferentemente mediante el proceso según el segundo aspecto de la invención.

5 A fin de usar los electrodos estos habitualmente se cortan al tamaño requerido. El tamaño depende del tamaño de la célula de desionización capacitiva correspondiente en la que se ensamblan los electrodos. Habitualmente los electrodos se ensamblan en el orden de pares, tal como 11 pares, 13 pares y preferentemente hasta 25 pares. Con más de 25 pares, la resistencia hidráulica de la disposición de electrodos se vuelve demasiado elevada lo que provoca más caída de la presión. La segunda razón es que existe a menudo algún retraso entre el ciclo de carga y la salida del agua purificada del sistema debido a que la longitud del trayecto definido por la disposición de electrodos es demasiado elevada. En un método preferido, el agua pasa a través de 8 a 25 pares de electrodos. Este es normalmente el caso en el que del número total de electrodos, un número considerable es electrodos de dos caras y más a menudo cuando se usan "n" pares de electrodos, el número de pares de dos caras es "n-1" dejando el balance un par que se va a usar como electrodos de una sola cara, que, en un ensamblaje o apilamiento, se disponen cada uno como los electrodos terminales.

15 Es particularmente preferente que de todos los pares de electrodos, una porción principal de los electrodos sean de dos caras y correspondientemente una porción secundaria de los electrodos sean electrodos de una sola cara.

20 Aunque es preferente tener una disposición paralela de electrodos, también podrían disponerse en serie.

Es preferente que el espesor de cada electrodo de dos caras sea de 1 a 6 mm preferentemente de 2 a 5 mm y más preferentemente de 3 a 4 mm. Es preferente que el espesor de cada electrodo de una sola cara sea de 1 a 3 mm.

25 Se usa preferentemente un material no conductor, tal como un tejido de nailon para evitar el contacto directo entre los electrodos. Es particularmente preferente que el hueco entre dos electrodos adyacentes sea de hasta 1 mm.

Un informe más detallado de electrodos puede encontrarse en el documento WO 2009/077276 A1 (Unilever).

30 Como el adsorbente, tal como carbono, está preimpregnado con la sustancia, tal como plata, no existe la necesidad de ningún postratamiento adicional como el revestimiento de los electrodos después de su formación.

Descripción de una célula de desionización capacitiva

35 A fin de usar los electrodos, necesitan ensamblarse para formar una célula denominada una célula de desionización capacitiva. El método para formar una célula se describe brevemente.

Habitualmente en dicha célula se conecta un par de electrodos respectivamente al potencial positivo y al negativo. Un recinto rodea la célula de desionización capacitiva que dispone del agua que fluye hacia el interior y hacia el exterior de la célula. El recinto también proporciona la realización de conexiones externamente a los electrodos en la célula.

40 Puede usarse cualquier medio conocido para la entrada de agua en la célula. El agua se alimenta en general a través de un depósito o mediante una fuente de agua en línea y una bomba. Por ejemplo, el agua almacenada en el depósito se alimenta a la célula de desionización capacitiva o la célula de desionización capacitiva está conectada a una fuente de agua directa tal como un grifo.

45 Cuando se usan bombas, el agua puede bombearse con un caudal de 1 a 1500 ml/minuto, más preferentemente de 10 a 300 ml/min. El caudal más común es de 55 ml/minuto a 200 ml/minuto. Es preferente que el agua se filtre previamente para dejarla exenta de materiales orgánicos y de impurezas en partículas. Puede adoptarse un medio de filtración adecuado.

Suministro eléctrico

55 Es necesario un suministro eléctrico. La electricidad puede suministrarse por cualquier medio. No obstante es preferente que la electricidad se suministre mediante un sistema DC programable para suministrar voltaje DC y para aplicar etapas temporizadas preprogramadas tales como cortocircuitos, carga y descarga.

60 Es preferente que el voltaje aplicado a través de los electrodos durante la etapa de carga sea de 0,1 a 10 V, más preferentemente de 0,8 a 8 V y aún más preferentemente de 1,0 a 6 V. En la etapa de descarga, cuando las cargas de los electrodos se invierten aunque sea solo durante un breve periodo, el voltaje aplicado preferente es de -0,1 a -10 V, más preferentemente de -0,8 a -8 V y aún más preferentemente de -1,0 a -6 V.

Medición de TDS

65 Se usa un medidor de la conductividad para medir la concentración de sales en el agua y con programas electrónicos adecuados; los TDS se calculan directamente y se muestran. Se usan preferentemente dos medidores.

Un primer medidor de la conductividad localizado antes de la célula de desionización capacitiva mide la concentración de las sales en el agua de entrada. Un segundo medidor de la conductividad localizado después de la célula mide la concentración de las sales en el agua de salida. Este segundo medidor de la conductividad está conectado a un procesador electrónico. El procesador electrónico recibe una señal eléctrica del medidor de la conductividad y convierte la señal eléctrica del medidor de la conductividad en TDS. Es preferente que la conductividad se mida a intervalos regulares de, por ejemplo, un segundo, que puedan controlarse por medio del procesador electrónico.

A fin de proporcionar algunos medios para controlar la salida de agua, se usa generalmente una válvula de solenoide en dichas células de desionización capacitiva.

Una válvula de solenoide es una válvula operada electromecánicamente. La válvula está controlada por una corriente eléctrica a través de un solenoide. En el caso de una válvula de dos puertos, el flujo se conecta o se desconecta y en el caso de una válvula de tres puertos, el flujo de salida se conmuta entre los dos puertos de salida. Las válvulas de solenoide son los elementos de control más comúnmente usados en flujo de fluido.

Es preferente que se use una válvula de solenoide de tres vías de la que un puerto es para la entrada de agua y los otros dos son para la salida. Es preferente que la válvula de solenoide esté conectada al medidor de la conductividad que tenga una conmutación de relé. Cuando los TDS son superiores al límite prefijado, el flujo de agua normalmente se cierra y el agua sale desde un puerto de salida. Cuando los TDS se reducen por debajo del punto prefijado, la conmutación de relé se conecta y la corriente fluye a la válvula de solenoide que después conmuta el trayecto del flujo a otro puerto.

El procesador electrónico controla la abertura del puerto específico de la válvula de solenoide en base a los niveles de TDS de entrada y de salida medidos y los puntos prefijados predeterminados para TDS. Es preferente que los TDS del agua de entrada sean de 700 a 800 ppm pero los TDS podrían variar en función de la fuente de agua. Es preferente que los TDS se reduzcan a al menos el 30 % de su nivel inicial después de la ionización, por ejemplo la reducción de un nivel de entrada inicial de 100 ppm a al menos 30 ppm en el agua de salida.

Si los electrodos no proporcionan una reducción del 30 %, entonces los electrodos pueden necesitar una intervención. En otras palabras, si los TDS de entrada son de 100 ppm y los TDS de salida son superiores a 70 ppm, los electrodos pueden necesitar una intervención.

Es preferente que el límite superior prefijado de TDS (es decir, máximo permitible de TDS) sea de 550 ppm, más preferentemente de 300 ppm. Una reducción drástica de TDS a fin de eliminar completamente todas las sales disueltas no es deseable. El agua que carece de sólidos disueltos tiene habitualmente un sabor insípido.

Por lo tanto, el TDS_{referencia} es como mínimo de 150 ppm. Esto significa que es preferente tener un mínimo de 150 ppm de TDS en el agua de salida.

El electrodo en uso

En uso, un dispositivo capacitivo que tiene dos o más electrodos está dispuesto en serie. Cada electrodo tiene una primera cara, una segunda cara opuesta y un espesor definido por una superficie exterior que se extiende desde la primera cara a la segunda cara opuesta. Un primer colector de corriente está en contacto eléctrico con las superficies exteriores de uno o más de los electrodos y está aislado de uno o más de otros electrodos mediante contacto con un material conforme dispuesto entre el primer colector de corriente y las superficies exteriores de uno o más de otros electrodos. Un segundo colector de corriente está en contacto eléctrico con uno o más de los electrodos aislados desde el primer colector de corriente.

Un método típico de purificación de agua tiene series repetidas de ciclos durante las que el agua de entrada se hace pasar a través de al menos un par de electrodos cargados opuestamente, teniendo cada ciclo:

(i) una etapa de carga;

(ii) una primera etapa de cortocircuito;

(iii) una etapa de descarga que consiste en la inversión de las cargas de los electrodos; y

(iv) una segunda etapa de cortocircuito.

La inversión de la polaridad aplicada antes de diez ciclos hace el proceso ineficaz. Esto es debido a que después del cambio en la polaridad el sistema se toma unos pocos ciclos (denominados ciclos residuales) para estabilizarse y trabajar a su eficacia máxima. Por lo tanto si la polaridad se invierte frecuentemente, el número de ciclos residuales aumenta lo que haría el proceso ineficaz. La inversión de cargas después de veinte ciclos no produciría el efecto deseado ya que los electrodos habrían adsorbido por entonces más iones.

5 En la etapa de carga, los iones que están presentes en el agua de entrada se adsorben en la superficie de los electrodos. En un método preferido, la duración de la etapa de carga es de 1 a 25 minutos, más preferentemente de 6 a 18 minutos, aún más preferentemente de 12 a 18 minutos. La duración de cada etapa depende del tipo de electrodos, el material de su construcción, sus dimensiones, el voltaje aplicado y los TDS del agua que se va a tratar.

10 La primera etapa de cortocircuito ayuda a ecualizar o neutralizar las cargas adheridas a los electrodos de modo que los iones puedan pasar a la masa de agua. En un método preferido, la duración de la primera etapa de cortocircuito es de 2 a 60 segundos, más preferentemente de 8 a 15 segundos y del modo más preferente de 10 a 15 segundos.

15 Incluso después de la primera etapa de cortocircuito, algunos iones pueden adherirse aún a los electrodos, entre otras razones, debido a la fuerza de conducción no específica para la desorción. Esto se logra mediante la etapa de descarga que consiste en la inversión de la carga aplicada sobre los electrodos durante un breve período que ayuda a liberar iones adsorbidos por la carga residual de los electrodos. Dichos iones se liberan después fácilmente por las fuerzas eléctricas de repulsión.

20 Esta etapa también regenera los electrodos para su uso posterior. En un método preferido, la duración de la etapa de descarga es de 5 a 20 segundos, más preferentemente de 8 a 15 segundos. La segunda etapa de cortocircuito ayuda a neutralizar adicionalmente cargas residuales. En un método preferido, la duración de la segunda etapa de cortocircuito es de 4 a 20 minutos, más preferentemente de 12 a 18 minutos. Esta etapa conduce adicionalmente los iones fuera de los electrodos a la masa del agua.

25 Proceso para la preparación del electrodo

Según otro aspecto se proporciona un proceso para preparar un electrodo del primer aspecto para la desionización capacitiva de agua, que tiene las etapas de:

30 (i) formar una mezcla de 60 a 88 partes en peso de un adsorbente que tiene un área superficial específica de 100 m²/g a 1300 m²/g, de 5 a 30 partes en peso de aglutinante polimérico termoplástico y de 2 a 20 partes en peso de negro de carbón conductor e incluir un fluido en dicha mezcla en el que la cantidad de dicho fluido no es superior a cuatro veces el peso de dicha mezcla,

35 (ii) verter la composición obtenida en la etapa (i) en un molde,

(iii) comprimir el molde,

(iv) calentar el molde a una temperatura en el intervalo de 150 a 350 °C, y

40 (v) desmoldear el electrodo moldeado;

en el que dicho adsorbente está preimpregnado con una sustancia seleccionada de oro, plata, cobre y platino y en el que el porcentaje de la sustancia preimpregnada en dicho adsorbente es del 0,2 % al 0,8 % en peso del adsorbente.

45 En un proceso preferido, el fluido es agua. Más preferentemente, el vertido de la composición se realiza usando un molde para conformar una lámina, más preferentemente el vertido de la composición se realiza sobre un colector de corriente en el molde. Un colector de corriente preferente se selecciona de grafito, aluminio o titanio. Durante el proceso, es preferente que la temperatura del molde sea de 200 a 300 °C. Es preferente que el molde se comprima a una presión no superior a 30 kg/cm² antes de calentar el molde. Una presión más preferente es de 12 a 25 kg/cm².

50 El proceso divulgado da como resultado una mezcla más o menos homogénea, a diferencia de un bloque en capas o un artículo moldeado en capas. Según otro aspecto más se proporciona un sistema de purificación de agua que tiene un electrodo del primer aspecto para la desionización capacitiva de agua.

55 Según otro aspecto más se proporciona un dispositivo de purificación de agua alimentado por gravedad para eliminación de sales disueltas de agua que comprenden un alojamiento que tiene una pluralidad de electrodos del primer aspecto en la que los electrodos están conectados a una fuente de corriente DC para proporcionar un voltaje inferior a 1,4 V a lo largo de los electrodos.

60 Método de purificación de agua

65 Durante la purificación se aplica un potencial positivo y negativo a través de los electrodos y los contraiones que están presentes en agua son atraídos a los electrodos de carga opuesta correspondiente. Este efecto conduce a la reducción de los iones que están presentes en el agua de entrada.

En la etapa de regeneración, la carga de los electrodos se invierte (o los electrodos se cortocircuitan). En esta etapa,

los iones son desorbidos desde los electrodos y pasan al agua que fluye debido a la repulsión electrostática. Durante esta etapa, está presente una cantidad grande de iones en el agua. Dicha agua en general no es apta para el consumo por lo que los dispositivos comerciales tienen incorporados mecanismos para descartar esta agua.

- 5 Según un tercer aspecto se proporciona un dispositivo para la desalinización de agua que comprende un alojamiento que incluye una pluralidad de electrodos moldeados a partir de una composición que comprende del 60 al 88 % en peso de carbono activado con un intervalo de tamaño de partícula de 75 to 300 μm , del 5 al 30 % en peso de un aglutinante polimérico termoplástico con un tamaño de partícula de 20 a 60 μm y del 2 al 30 % en peso de negro de carbón conductor en el que dichos electrodos están conectados a una fuente de corriente DC para proporcionar un voltaje inferior a 1,4 V de potencial.

10 Detalles adicionales de la invención se explicarán ahora con referencia a ejemplos no limitantes.

15 Ejemplos

Ejemplo 1: proceso para hacer un electrodo

20 Los electrodos se prepararon mediante un proceso de mezclado en húmedo seguido por un recocido térmico. Se mezclaron carbono activado en polvo (área superficial específica de 885 m^2/g) que contenía impregnado sobre el mismo 0,2 % de plata (suministrado por Active Carbon Ltd), un aglutinante (polietileno de alta densidad, suministrado por Ticona) y negro de carbón conductor (área superficial BET de 770,2 m^2/g , conductividad $\sim 0,05$ S/cm, suministrado por TIMCAL) en una relación 70:20:10 (es decir, 7:2:1) con agua desionizada para formar una suspensión. La suspensión se esparció en las dimensiones requeridas sobre una lámina de grafito de 0,3 mm de espesor y se mantuvo en un horno de aire caliente a 200 $^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

Ejemplo 2: desalinización de célula única

25 Los estudios de desalinización de célula única se realizaron sobre los electrodos del ejemplo 1, así como electrodos comparativos (desprovistos de plata impregnada) sobre el carbono activado en polvo.

Ejemplo 3

30 Se preparó otra serie de electrodos con un nivel de dopado de plata superior en carbono activado en polvo (1 % frente al 0,2% anterior).

35 El agua de entrada para todos los experimentos era agua de pozo que contenía 815 ppm de TDS. El agua estaba exenta de coloides, materiales orgánicos y materia en partículas. Se aplicó un voltaje DC de 1,2 V a la célula. El caudal de agua de entrada se fijó en 10 ml/minuto.

40 Los experimentos de desalinización se realizaron sometiendo a un ciclo los electrodos mediante un proceso que consistía en la aplicación de un potencial durante 16 minutos (T1), una etapa de cortocircuito durante 10 segundos (T2), una etapa de inversión del potencial de 10 segundos (T3) y un estado de cortocircuito durante 8 minutos (T4).

45 Durante T1, se aplicó un voltaje positivo a uno de los electrodos y un voltaje negativo al otro electrodo y durante T3 las polaridades de los electrodos se invirtieron. Durante el estado de cortocircuito no se aplicó voltaje a través de los electrodos y los terminales de los electrodos se cortaron.

50 El rendimiento del material de los electrodos se determinó observando la reducción en TDS y la recuperación usando las ecuaciones siguientes:

$$\text{Eliminación de sal (\%)} = [1 - (\text{TDS}_{\text{entrada}} / \text{TDS}_{\text{salida}})] * 100$$

$$\text{Recuperación (\%)} = [\text{Volumen de agua purificada} / \text{volumen de agua de entrada}] * 100$$

55 El agua de salida se consideró pura cuando los TDS eran inferiores a 550 ppm ($\text{TDS}_{\text{referencia}}$). Los datos se muestran en tabla 1.

Tabla 1: Datos de célula única

Electrodo	T1	T2	T3	T4	Eliminación de sal promedio (%)	Recuperación promedio (%)
Ejemplo 1	16	10	10	480	33	20
	16	10	10	480		
	16	10	10	480		

ES 2 584 352 T3

Ejemplo 2	16	10	10	480	29	7
	16	10	10	480		
	16	10	10	480		
Ejemplo 3	16	10	10	480	19	0

Nota: En la tabla 1, el tiempo T1 está en minutos y de T2 a T4 en segundos.

La inclusión de plata mejoró significativamente el rendimiento de la célula (ejemplo 2 en comparación con el ejemplo 1). Esto se cree que es porque el carbono impregnado con plata reduce la resistencia del material activo ayudando a expresar mejor el potencial aplicado a la interfaz electrodo-solución para adsorber los iones.

Mientras que añadir más plata mejora la conductividad en alguna medida, también reduce la capacitancia a un dopado más elevado de plata lo que conduce a un rendimiento más reducido (ejemplo 3 comparado con los ejemplos 1 y 2).

Ejemplos 4 y 5 - Rendimiento en un apilamiento de electrodos:

Se realizó un experimento también sobre un apilamiento (disposición) de once pares de electrodos, donde las células individuales se dispusieron en configuración paralela. Se aplicó un potencial de 4,4 V a través del apilamiento manteniendo el caudal a 110 ml/minuto. El límite de TDS ($TDS_{\text{referencia}}$) se fijó en 550 ppm.

Los electrodos preparados según el ejemplo 1 se usaron para el ejemplo 4.

Los electrodos preparados según el ejemplo 2 se usaron para el ejemplo 5.

Tabla 3

Ejemplo	Eliminación de sal promedio (%)	Recuperación promedio (%)	Producción para que la eliminación de sal caiga al 45 % (litros)	Tiempo requerido para una eliminación del 46 % de TDS en el ciclo de carga (segundos)
4	50	56	225	225
5	40	46	110	375

La mejora en el rendimiento también se observó cuando la célula del electrodo se escalonó en un apilamiento (configuración) de 11 pares de electrodos, tanto en términos de aumento absoluto de la reducción de TDS y de la recuperación como también en la disminución relativa en el rendimiento a lo largo de la vida de los electrodos. Además, la cinética de adsorción también mejoró como se muestra mediante el menor tiempo requerido para producir la caída deseada de TSD.

REIVINDICACIONES

1. Un electrodo para desionización capacitiva que comprende:
- 5 (i) un adsorbente que tiene un área superficial específica de 100 m²/g a 1300 m²/g,
(ii) negro de carbón conductor, y
10 (iii) un aglutinante;
en el que dicho adsorbente está preimpregnado con una sustancia seleccionada de oro, plata, cobre y platino, y en el que el porcentaje de la sustancia preimpregnada en dicho adsorbente es del 0,2 % al 0,8 % en peso del adsorbente.
- 15 2. Un electrodo según la reivindicación 1, en el que dicho adsorbente se selecciona de carbono activado, grafito de área superficial específica elevada (HSAG), nanotubos de carbono (CNT), carbono activado, fibra de carbono activado, una resina de intercambio catiónico, zeolita, esmectita o vermiculita.
- 20 3. Un electrodo según la reivindicación 2, en el que dicho adsorbente es carbono activado.
4. Un electrodo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicha sustancia es plata.
5. Un electrodo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 3 a 4, en el que la relación carbón activado: aglutinante: negro de carbón activado se encuentra en el intervalo de 5:2:3 a 8:1:0,5.
- 25 6. Un electrodo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho aglutinante es un aglutinante termoplástico.
7. Uso de un electrodo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores para la purificación de agua.
- 30 8. Un proceso para preparar un electrodo para la desionización capacitiva de agua según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende las etapas de:
- 35 (i) formar una mezcla de 60 a 88 partes en peso de un adsorbente que tiene un área superficial específica de 100 m²/g a 1300 m²/g, 5 a 30 partes en peso de aglutinante polimérico termoplástico y de 2 a 20 partes en peso de negro de carbón conductor e incluir un fluido en dicha mezcla en el que la cantidad de dicho fluido no es superior a cuatro veces el peso de dicha mezcla,
- 40 (ii) verter la composición obtenida en la etapa (i) en un molde,
(iii) comprimir dicho molde,
calentar dicho molde a una temperatura en el intervalo de 150 a 350 °C, y
- 45 (iv) desmoldear el electrodo moldeado;
- en el que dicho adsorbente está preimpregnado con una sustancia seleccionada de oro, plata, cobre y platino, y en el que el porcentaje de la sustancia preimpregnada en dicho adsorbente es del 0,2 % al 0,8 % en peso del adsorbente.
- 50 9. Un proceso según la reivindicación 8, en el que el fluido es agua.
10. Un dispositivo de purificación de agua alimentado por gravedad para eliminar sales disueltas del agua que comprende un alojamiento que tiene una pluralidad de electrodos según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en el que dichos electrodos están conectados a una fuente de corriente DC para proporcionar un voltaje inferior a 1,4 V de potencial a través de los electrodos.
- 55