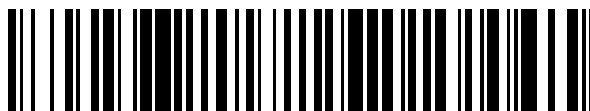


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 605 019**

51 Int. Cl.:

C01B 11/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.12.2007 PCT/US2007/026444**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.07.2008 WO08082626**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.12.2007 E 07863283 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.11.2016 EP 2114822**

54 Título: **Fabricación de lejía de hipoclorito de sodio baja en sal, de concentración alta**

30 Prioridad:

**29.12.2006 US 648411
12.01.2007 US 652890**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.03.2017

73 Titular/es:

**POWELL TECHNOLOGIES LLC (A MICHIGAN
LIMITED LIABILITY COMPANY) (100.0%)
740 E. MONROE
ST. LOUIS, MI 48880, US**

72 Inventor/es:

**POWELL, DUANE, J.;
BEBOW, ROBERT, B. y
HARDMAN, BRENT, J.**

74 Agente/Representante:

ZUAZO ARALUZE, Alexander

ES 2 605 019 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).

FABRICACIÓN DE LEJÍA DE HIPOCLORITO DE SODIO BAJA EN SAL, DE CONCENTRACIÓN ALTA**DESCRIPCIÓN****5 Campo de la invención**

Esta invención se refiere a la fabricación de lejía de hipoclorito de sodio, en particular a un procedimiento y una planta para la fabricación de lejía de hipoclorito de sodio.

10 Antecedentes de la invención

La lejía (hipoclorito de sodio) es un producto químico básico que se usa en numerosas aplicaciones. La química básica para fabricar lejía es un tema de conocimiento común en los campos de la química y la ingeniería química. Se permite que reaccione cloro en fase líquida y/o gaseosa con una disolución de hidróxido de sodio (sosa cáustica) para producir hipoclorito de sodio acuoso. Mientras que la química básica puede considerarse más bien elemental y esencialmente común a todos los procedimientos para la fabricación comercial de lejía, los procedimientos específicos que se han descrito en la bibliografía de patentes difieren de formas significativas.

Cada uno de los diversos procedimientos conocidos para la fabricación comercial de lejía puede caracterizarse o bien como un procedimiento de producción por lotes (discontinuo) o bien procedimiento de producción continuo. Cada tipo de procedimiento puede tener sus propias ventajas particulares.

Un procedimiento continuo que se controla adecuadamente es más probable que se realice con una eficacia de producción más alta que un procedimiento por lotes correspondiente y, por tanto, es más probable que sea más económico que un procedimiento por lotes. Sin embargo, la manera específica en la que se realiza un procedimiento continuo desempeña un papel importante en la naturaleza y calidad del producto de lejía resultante.

Las patentes estadounidenses n.^{os} 4.428.918 y 4.780.303 describen cada una un procedimiento continuo respectivo para la fabricación de disoluciones de hipoclorito de sodio concentradas (es decir, de concentración alta). Sin embargo, el cloruro de sodio (sal) también es un producto de la reacción básica, y su eliminación del producto de hipoclorito de sodio acuoso puede mejorar tanto el procedimiento continuo como el producto resultante. Ninguno de estos procedimientos elimina toda la sal del producto resultante.

Ambas patentes reconocen que determinados procedimientos por lotes pueden producir lejía acuosa de alta concentración de la que se han eliminado cantidades significativas de sal.

Se cree que un procedimiento continuo que puede producir de manera consistente lejía acuosa de alta concentración con bajas concentraciones de tanto cloruro de sodio como clorato de sodio con ligero exceso de sosa cáustica residual sería beneficioso para la industria. Un producto que tenga incluso una concentración más alta y concentraciones de sal y clorato más baja que los mencionados en las patentes estadounidenses n.^{os} 4.428.918 y 4.780.303 sería especialmente beneficioso. Los beneficios residen tanto en la utilidad del producto como en factores económicos relevantes.

El procedimiento que es el objeto de los inventores de la patente estadounidense n.º 7.175.824 expedida el 13 de febrero de 2007 crea inicialmente y después repone continuamente, una suspensión de sal en una zona inferior de un tanque de etapa cristalizadora. A medida que disoluciones nuevas de lejía y sosa cáustica se introducen continuamente en la disolución en el tanque, la suspensión en la zona inferior está continuamente bombeándose hacia fuera.

Una primera porción de la suspensión retirada forma una disolución de recirculación que se enfría durante el paso a través de un intercambiador de calor antes de alimentarse de nuevo al tanque. La sosa cáustica nueva se arrastra con la disolución de recirculación antes del intercambiador de calor. La lejía nueva se arrastra con la sosa cáustica arrastrada y disolución de recirculación tras el intercambiador de calor.

El tanque de etapa cristalizadora mostrado en la patente estadounidense n.º 7.175.824 comprende un faldón deflector que está dentro de la pared cilíndrica del tanque y forma una pared cilíndrica para crear una zona anular en calma entre el faldón deflector y la pared lateral del tanque. La zona anular en calma está esencialmente libre de turbulencias, especialmente hacia la parte superior donde se crea una zona superior de agua madre esencialmente libre de cristales. El faldón deflector rodea una zona interna central en la que se introducen lejía y sosa cáustica nueva y la disolución de recirculación. La zona anular en calma y la zona interna central están ambas por encima y abiertas a la zona inferior.

Rebosar continuamente agua madre a una velocidad adecuada desde la parte superior de la zona en calma sobresaturada la disolución dando como resultado que precipite sal continuamente de la disolución con los cristales de sal reponiendo continuamente la suspensión en la zona inferior.

Sumario de la invención

La presente invención, en un aspecto, se refiere a un descubrimiento para simplificar el equipo y procedimiento que son el objeto de las solicitudes de patente prioritarias. La presente invención se caracteriza por un método según la reivindicación independiente.

La lejía más baja en sal, de concentración más alta producida por el aparato y el procedimiento inventivo tiene una concentración como la de la lejía fabricada por el procedimiento que es el objeto de las solicitudes de patente prioritarias. Esa lejía, cuando se diluye a una concentración más baja comparable con lejías comerciales típicas de uso doméstico tiene estabilidad mejorada y, por tanto, una semivida extendida cuando se compara con tales lejías.

El procedimiento continuo de la presente invención se realiza en un tanque cristalizador sin extraer continuamente agua madre en la parte superior de una zona en calma. Esto permite que el tanque no tenga un faldón deflector que de lo contrario dividiría la porción del tanque por encima de la zona inferior en una zona interna central rodeada por una zona externa en calma.

Los productos de lejía más baja en sal, de concentración más alta que pueden fabricarse según los principios de la presente invención son aquellos que comprenden una disolución acuosa de más del 25% en peso de hipoclorito de sodio y una razón, en una base en % de peso, de NaCl (sal) con respecto a NaOCl (hipoclorito de sodio), menor de sustancialmente 0,38, con un ligero exceso de hidróxido de sodio (sosa cáustica). Tras la eliminación de sólidos, una lejía que tiene aproximadamente el 30% hasta aproximadamente el 35% en peso de hipoclorito de sodio y una razón de NaCl/NaOCl de aproximadamente 0,21 hasta aproximadamente 0,25 al 30% de concentración y aproximadamente 0,10 hasta aproximadamente 0,15% al 35% de concentración, con ligero exceso sosa cáustica, es un ejemplo de tal producto de lejía más baja en sal, de concentración más alta.

Se introducen continuamente en el tanque cristalizador una disolución de la sosa cáustica nueva, la lejía de concentración más baja nueva que está esencialmente libre de cristales de sal, y suspensión de sal retirada de la zona inferior del tanque para formar la disolución de reciclaje. Se clora la disolución en el tanque introduciendo cloro en fase líquida y/o gaseosa, húmedo o seco, con o sin elementos inertes. Se controla el porcentaje de exceso de sosa cáustica en disolución de cualquier manera apropiada usando una medida adecuada, tal como medida del potencial de oxidación-reducción, por equipos disponibles comercialmente.

Un intercambiador de calor asociado con el tanque cristalizador elimina calor de disolución y reacción de la suspensión que se retira del tanque para formar la disolución de recirculación. Usando una tasa de recirculación elevada a través del intercambiador de calor, la caída de temperatura entre la salida de recirculación del tanque y el retorno de recirculación al tanque puede mantenerse pequeña, un beneficio que ayuda a la formación de cristales mientras que se evita incrustación del intercambiador de calor. El uso de una tasa de recirculación elevada para mantener pequeña esa caída de temperatura es un aspecto relacionado de la invención. Una caída de temperatura dentro de un intervalo de desde aproximadamente 0,556 K (1°F) hasta aproximadamente 2,22 K (4°F) sería típico, con un intervalo de desde aproximadamente 0,556 K (1°F) hasta aproximadamente 1,11 K (2°F) siendo el más preferible.

Para controlar la caída de temperatura hasta dentro de tal intervalo, el intercambiador de calor es uno que tiene suficiente área de superficie de transferencia de calor en relación con las velocidades de flujo de los respectivos líquidos que pasan a través del mismo y que presenta baja restricción a los fluidos. Mediante control adecuado de los procedimientos químicos en la etapa cristalizadora, la temperatura de esos procedimientos puede mantenerse dentro de un intervalo que permite que se use agua de torres de enfriamiento como líquido de enfriamiento en determinados tipos de intercambiadores de calor, un aspecto adicional relacionado de la invención que evita la necesidad de usar agua refrigerada más cara. Los principios de la invención, sin embargo, sí contemplan también el uso de agua refrigerada o fría para otros tipos determinados de intercambiadores de calor.

Un aspecto adicional relacionado de la invención implica controlar la diferencia de temperatura entre la disolución de recirculación y el líquido de enfriamiento que pasan a través del intercambiador de calor. Un intervalo objetivo de diferencias de temperatura que evita la incrustación del intercambiador de calor depende del diseño del intercambiador de calor particular. Para un intercambiador de calor de tipo placas y bastidor, la diferencia de temperatura puede tener un intervalo de desde aproximadamente 1,11 K (2°F) hasta aproximadamente 1,67 K (3°F). La diferencia de temperatura puede tener un intervalo más grande, 2,78 K – 8,33 K (5°F – 15°F) por ejemplo, para otros intercambiadores de calor, tales como un tipo de tubo y carcasa.

La sosa cáustica nueva se añade preferiblemente a la disolución de recirculación antes del intercambiador de calor. La propia sosa cáustica se enfría preferiblemente por su paso a través de su propio intercambiador de calor antes de añadirse a la disolución de recirculación. La lejía nueva de concentración más baja se añade para arrastrar con la sosa cáustica arrastrada y disolución de recirculación después de que la última se haya enfriado.

Con el procedimiento continuamente en ejecución, la introducción continua de cloro y la mezcla de disolución de recirculación, sosa cáustica, y lejía de concentración más baja sostiene una reacción continua en el tanque para

producir lejía de concentración más alta. La mezcla de disolución de recirculación, sosa cáustica nueva y lejía nueva de concentración más baja, se introduce en la disolución ya en el tanque a un nivel por encima de una zona inferior de la que la disolución de recirculación se está retirando. El cloro también se introduce por encima de la zona inferior, y por encima del nivel al que la mezcla líquida se está introduciendo.

5 El nivel al que la disolución llena el tanque está controlado, o regulado, de cualquier manera adecuada, por el aparato de control del procedimiento. Ninguna disolución rebosa el tanque o se retira del tanque a un nivel por encima de la zona inferior. La disolución que se retira de la zona inferior como suspensión o bien se convierte a disolución de recirculación que se devuelve al tanque o bien se procesa posteriormente para producir el producto final de lejía más baja en sal, de concentración más alta. En ausencia de una zona en calma distintiva en el tanque
10 cristizador tal como se describe en las solicitudes de patente prioritarias, la disolución en el tanque es generalmente homogénea, especialmente en la zona inferior.

15 Las condiciones de control del procedimiento para el procedimiento de la presente invención pueden crear tamaños de cristales lo suficientemente grandes para la eliminación eficaz de cristales mediante procedimientos mecánicos. La distribución resultante de tamaños de cristales de sal en la suspensión hace que sean muy adecuados para la recuperación definitiva como sólidos esencialmente secos, aún un aspecto adicional relacionado de la invención.

20 La suspensión retirada que contiene el producto de lejía de concentración más alta del cual el procesamiento mecánico adicional elimina cristales de sal se introduce continuamente en un tanque de espesamiento previo en el que la suspensión se agita mecánicamente, o bien mediante una mezcladora y/o bien mediante el soplado de aire a presión a su través. Al mismo tiempo, la suspensión se bombea continuamente del tanque de espesamiento previo hasta un dispositivo de espesamiento previo tal como un hidrociclón que elimina más líquido, o filtrado. Este filtrado
25 del dispositivo de espesamiento previo se introduce en un tanque de producto para contener el filtrado como producto de lejía más baja en sal, de concentración más alta mientras que la suspensión más completamente espesada del dispositivo de espesamiento previo se alimenta a una centrífuga.

30 La centrífuga elimina casi todo el líquido restante, produciendo un producto que es como mínimo aproximadamente el 96% de sal, con el líquido restante y cantidades pequeñas de químicos traza que incluyen lejía.

35 Una centrífuga preferida es una centrífuga de dos etapas que permite que el producto se lave con agua para eliminar hipoclorito residual del producto de sal final. El filtrado de la primera etapa de la centrífuga se devuelve al tanque cristizador. El rebosamiento de filtrado del tanque de producto se devuelve al tanque de espesamiento previo.

40 El producto de lejía baja en sal, de alta concentración producido por el procedimiento inventivo tiene una concentración de lejía de más del 25% en peso. La concentración específica de un producto de lejía particular puede limitarse por problemas de descomposición durante el procedimiento de producción y el tamaño de cristales de sal precipitados, especialmente cuando la concentración de lejía se acerca a su límite superior, el cual en la práctica es aproximadamente el 35%.

45 Un aspecto genérico de la invención se refiere a un método para la fabricación continua de lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta a partir de lejía de hipoclorito de sodio acuoso de concentración más baja que tiene algo de hidróxido de sodio y que está esencialmente libre de cristales de cloruro de sodio (sal).

50 El método comprende A) en un tanque, sostener una reacción continua que produce una suspensión de lejía de concentración más alta y cristales de sal sólidos introduciendo en el tanque 1) la lejía de hipoclorito de sodio acuoso de concentración más baja que tiene algo de hidróxido de sodio y está esencialmente libre de cristales de sal, 2) disolución de hidróxido de sodio acuoso que tiene una concentración en peso dentro de un intervalo de desde aproximadamente el 45% hasta aproximadamente el 51%, y 3) cloro en fase líquida y/o gaseosa que puede o no incluir elementos inertes, y 4) una disolución de recirculación; B) retirar continuamente suspensión del tanque a un nivel por debajo del cual la lejía de concentración más baja, la disolución de hidróxido de sodio, el cloro y la disolución de recirculación empiezan a mezclarse con la suspensión que ya está en el tanque; C) enfriar una primera
55 porción de la suspensión retirada y usar la primera porción enfriada de la suspensión retirada como disolución de recirculación; y D) procesar una segunda porción de la suspensión retirada para separar sustancialmente todos los cristales de sal del líquido residual; y E) recuperar el líquido residual como lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal y de concentración más alta, en el que las etapas D) y E) comprenden: introducir continuamente la segunda porción de la suspensión retirada en un tanque adicional, agitar la suspensión en un tanque adicional, retirar continuamente suspensión del tanque adicional e introducirla en un dispositivo de espesamiento, en el dispositivo de espesamiento, extraer una porción sustancial de líquido de la suspensión como lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta, creando así una suspensión sustancialmente espesada, retirar continuamente suspensión sustancialmente espesada del dispositivo de espesamiento e introducirla en una centrífuga de dos etapas, en la centrífuga de dos etapas, centrifugar continuamente la suspensión sustancialmente
60 espesada en una primera etapa para eliminar más líquido y crear suspensión adicionalmente espesada, lavar la suspensión adicionalmente espesada, y centrifugar la suspensión adicionalmente espesada lavada en una segunda

etapa para eliminar líquido y producir la sal cristalina seca sustancialmente, en la que el filtrado de la primera etapa de la centrifuga se devuelve al tanque.

5 Otro aspecto genérico del método comprende A) introducir i) una mezcla de la lejía de hipoclorito de sodio acuoso de concentración más baja que tiene algo de hidróxido de sodio y está esencialmente libre de cristales de sal, disolución de hidróxido de sodio acuoso que tiene una concentración en peso dentro de un intervalo de desde aproximadamente el 45% hasta aproximadamente el 51%, y una disolución de recirculación y ii) cloro en fase líquida y/o gaseosa que puede o no incluir elementos inertes, en el interior de un tanque que tiene una pared inferior y una pared lateral vertical que definen conjuntamente el interior del tanque para sostener una reacción continua que produce una suspensión de lejía de concentración más alta y cristales de sal sólidos en el interior del tanque; B) crear la disolución de recirculación retirando continuamente suspensión del interior del tanque; y C) crear la lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta retirando continuamente suspensión del interior del tanque a un nivel verticalmente por debajo de las ubicaciones en las que la mezcla y el cloro se introducen en el interior del tanque, y separar sustancialmente todos los cristales de sal, y recuperar líquido residual como lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta.

20 Otro aspecto genérico se refiere a un método para la fabricación simultánea continua de lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta y de sal cristalina sustancialmente seca a partir de la suspensión que se está retirando continuamente de un tanque en el que una reacción continua está produciendo la suspensión como una suspensión de cristales de sal en lejía de hipoclorito de sodio acuoso de concentración más alta siendo el resultado de la introducción continua en el tanque de 1) una lejía de hipoclorito de sodio acuoso de concentración más baja que tiene algo de hidróxido de sodio y está esencialmente libre de cristales de sal, 2) disolución de hidróxido de sodio acuoso que tiene una concentración en peso dentro de un intervalo de desde aproximadamente el 45% hasta aproximadamente el 51%, 3) cloro en fase líquida y/o gaseosa que puede o no incluir elementos inertes, y 4) una disolución de recirculación que comprende suspensión continuamente retirada del tanque a un nivel por debajo del cual la lejía de concentración más baja, la disolución de hidróxido de sodio, el cloro y la disolución de recirculación empiezan a mezclarse con la suspensión que ya está en el tanque.

30 El método comprende: retirar continuamente del tanque, a un nivel por debajo del cual la lejía de concentración más baja, la disolución de hidróxido de sodio, el cloro y la disolución de recirculación empiezan a mezclarse con la suspensión que ya está en el tanque, suspensión que va a procesarse adicionalmente para producir la lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta y la sal cristalina sustancialmente seca, en el que el procesamiento adicional comprende, introducir continuamente la suspensión que va a procesarse adicionalmente en un tanque adicional, agitar la suspensión en el tanque adicional, retirar continuamente suspensión del tanque adicional e introducirla en un dispositivo de espesamiento, en el dispositivo de espesamiento, extraer una porción sustancial de líquido de la suspensión como lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta creando así una suspensión sustancialmente espesada, retirar continuamente la suspensión sustancialmente espesada del dispositivo de espesamiento e introducirla en una centrifuga de dos etapas, en la centrifuga de dos etapas, centrifugar continuamente la suspensión sustancialmente espesada en una primera etapa para eliminar más líquido y crear una suspensión adicionalmente espesada, lavar la suspensión adicionalmente espesada, y centrifugar la suspensión adicionalmente espesada lavada en una segunda etapa para eliminar líquido y producir la sal cristalina sustancialmente seca.

45 **Breve descripción de los dibujos que ilustran la práctica del procedimiento inventivo**

La figura 1 ilustra esquemáticamente un ejemplo de una etapa cristalizadora para la puesta en práctica de la invención.

La figura 2 ilustra esquemáticamente un ejemplo de procesamiento posterior a la etapa cristalizadora.

50 **Descripción del procedimiento inventivo y equipo**

La etapa mostrada en la figura 1 comprende un cristizador 10 que comprende un tanque 12 con el que se asocia un intercambiador 14 de calor, tal como se describió anteriormente. El dibujo no muestra una primera etapa como la descrita en la patente estadounidense n.º 7.175.824 para fabricar la lejía de concentración más baja. Debe apreciarse que la lejía de concentración más baja que se introduce en el tanque 12 podría haberse fabricado en otro lugar mediante cualquier procedimiento adecuado. El tanque 12 comprende una pared 12A lateral cilíndrica, una pared 12B inferior cónica y una pared 12C superior.

60 Esta etapa cristalizadora tiene diversas entradas al y salidas del tanque 12. Una salida 22 de recirculación está en o cerca del punto inferior central de la pared 12B inferior cónica. Una salida 24 de suspensión está en la pared 12B inferior cónica a un nivel por encima del de la salida 22. Ubicaciones precisas para las dos salidas 22, 24 no son generalmente críticas siempre y cuando estén abiertas a una zona inferior de la disolución en el tanque 12 en el que la suspensión se recoge. Una salida puede incluso estar en un extremo de una tubería que penetra y se extiende en el interior del tanque más allá de la pared del tanque. Las salidas pueden tener una abertura común a la suspensión, por ejemplo, la salida 24 que se conecta en T en un conducto 33 que se extiende de la salida 22 en vez de estar en

la pared 12B.

El tanque tiene una entrada 26 de filtrado que permite que el filtrado suministrado a través de un conducto 75 de una centrífuga que se describirá a continuación con referencia a la figura 2 se introduzca en el tanque 12. Una salida 28 de respiradero proporciona un escape para cualquier gas de cloro residual y gas inerte a un lavador químico comercial convencional de cloro (no mostrado específicamente).

Otras dos entradas al tanque 12 son una entrada 30 de cloro y una entrada 32 de recirculación. Una bomba 34 de recirculación retira suspensión de la parte inferior del tanque a través de la salida 22 y un conducto 33 que conduce al lado de succión de la bomba. La bomba bombea el líquido a través de un conducto 35 que conduce desde la bomba salida hasta el intercambiador 14 de calor. Se añade sosa cáustica nueva, preferiblemente enfriada haciéndola pasar en primer lugar a través de un intercambiador 41 de calor, a la disolución de recirculación a través de una entrada 36 de sosa cáustica al interior de un conducto 35 entre la bomba 34 y el intercambiador 14 de calor. Se añade lejía de concentración más baja a través de una entrada 38 de lejía a un conducto 37 que se extiende desde el intercambiador 14 de calor hasta la entrada 32 de recirculación. Aunque el aparato ilustrado muestra que el tanque tiene una única entrada a través de la cual se introduce una mezcla de lejía, sosa cáustica nueva y disolución de recirculación, pueden usarse otras disposiciones de tuberías para introducir las diversas disoluciones en el tanque 12.

Las disoluciones arrastradas de sosa cáustica nueva, lejía nueva de concentración más baja y suspensión de recirculación, se introducen en el tanque 12 a través de la entrada 32 de recirculación. La ubicación real en la que las disoluciones arrastradas se introducen en la disolución ya está en el tanque está en cualquier ubicación adecuada que no interrumpe significativamente la acumulación de suspensión en la parte inferior del tanque 12 y la retirada de suspensión acumulada, sustancialmente homogénea de la zona inferior del tanque. El dibujo muestra una ubicación central preferida por encima de la zona inferior, en donde las disoluciones arrastradas que entran a través de la entrada 32 se transportan a través de un conducto que conduce a un embudo 39 vertical que tiene un diámetro creciente para promover la buena distribución de las disoluciones arrastradas a medida que empiezan a mezclarse con la disolución ya está en el tanque.

El cloro que pasa al tanque 12 a través de la entrada 30 se transporta a través de un conducto hasta un sistema 40 de distribución dispuesto para dirigir el cloro a la disolución en el tanque para clorar la sosa cáustica. Las aberturas de salida en el sistema 40 de distribución se dirigen hacia abajo para evitar obstrucción potencial. Están dispuestas a un nivel que permite que la presión de líquido o gas del cloro, dependiendo del estado en el que se introduce el cloro, sea la fuerza que mueve el cloro a través de las aberturas de salida en el sistema 40 de distribución.

Sin el faldón deflector que está presente en el tanque cristizador mostrado en las solicitudes de patente prioritarias, no se crea ninguna zona en calma, y consecuentemente tampoco se crea ninguna zona de aguas madre en la disolución en el tanque 12 detrás de el faldón deflector. Las ubicaciones en las que los reactivos empiezan a mezclarse con la suspensión que ya está en el tanque está en una ubicación central que no está obstruida de la pared lateral del tanque, a diferencia de lo que ocurre en la patente estadounidense n.º 7.175.824 en la que el faldón deflector presenta una obstrucción intencional con respecto a la pared lateral para crear la zona en calma.

Tal como se explicará adicionalmente en más detalle a continuación, el producto de lejía más baja en sal, de concentración alta resultante del procedimiento continuo de la presente invención se obtiene retirando suspensión del tanque 12 a través de la salida 24 bombeándola hacia fuera mediante una bomba 25 para procesamiento posterior según la figura 2.

La tasa a la que se libera calor mediante procedimientos químicos que se producen en el cristizador 10 es una función del rendimiento a través del cristizador. Consecuentemente, la tasa de recirculación y la tasa de líquido de enfriamiento a través del intercambiador de calor están controladas en relación con el rendimiento del cristizador de forma que se mantienen tanto la pequeña caída de temperatura en la disolución de recirculación al pasar a través del intercambiador de calor como una diferencia de temperatura entre la disolución de recirculación y el líquido de enfriamiento adecuada para el tipo particular de intercambiador de calor usado, tal como se mencionó anteriormente. Es en ese contexto en el que se dice que el procedimiento tiene una tasa de recirculación elevada. La figura 1 también muestra algunos equipos de control de procedimiento en forma de pares de sensores redundantes AE dispuestos en circuitos de flujo respectivos de las salidas de las bombas 25 y 34 al lado de succión de la bomba 34. Los sensores monitorizan la cloración para garantizar el cumplimiento con los límites de control. Las válvulas de servicio (no mostradas) puede interrumpir el flujo a través de cualquier sensor de un par para permitir su reemplazo sin producir la parada del procedimiento.

La figura 2 muestra equipo adicional que incluye un tanque 44 de espesamiento previo que es similar al tanque 12 porque tiene una pared lateral, una pared inferior cónica y una pared superior. Se introduce suspensión del tanque 12 a través de una entrada 52 de suspensión y cae hacia abajo hacia una zona 50 de la suspensión ya está en el tanque. La suspensión dentro de la zona 50 se agita de cualquier forma adecuada, por ejemplo, mediante el uso de burbujeo de aire tal como se ilustra. Se suministra aire a presión a través de una entrada 54 de aire a un sistema 56 de distribución que está dispuesto para dirigir el aire hacia arriba a través de la suspensión en la zona 50. El aire y

cualquier gas arrastrado que salen de la suspensión se expulsan a través de una salida 58 de respiradero en la pared superior que conduce a un lavador químico (no mostrado específicamente). Puede usarse un agitador mecánico en lugar de, o junto con, el burbujeo de aire.

5 Una bomba 62 de recirculación bombea suspensión de una ubicación en o cerca de la parte inferior de la zona 50 del tanque 44 a través de una salida 60 de suspensión. La salida particular mostrada está en el punto inferior de la pared inferior cónica del tanque. La suspensión bombeada se transporta hasta una entrada 64 de un hidrociclón 66 que opera para separar líquido de la suspensión, aumentando significativamente el espesor de la suspensión que se descarga del hidrociclón 66 a través de un conducto 67 que conduce a una centrífuga 68 que se usa para la
10 recuperación de sal cristalizada centrifugando la suspensión espesada.

La centrífuga es una centrífuga de dos etapas que permite que la sal se lave entre etapas de centrifugación durante el procedimiento de recuperación. La suspensión espesada del hidrociclón 66 se centrifuga en primer lugar en una primera etapa de la centrífuga 68 para eliminar un gran porcentaje de líquido y dejar los sólidos que tienen un
15 pequeño contenido de líquido. Se lavan entonces los sólidos y se centrifugan posteriormente en una segunda etapa de la centrífuga. El agua es un ejemplo de un fluido que puede usarse para el lavado. Por tanto, la figura 2 muestra una entrada 70 de agua de lavado y una salida 72 de agua de lavado. Lavar los sólidos elimina cantidades significativas de productos químicos residuales, tales como hipoclorito, del producto de sal final que se envía de la centrífuga a una salida 74 de sólidos. El filtrado de la primera etapa de la centrífuga 68 se devuelve a través del
20 conducto 75 al tanque 12 cristizador (véase de nuevo la figura 1) y el líquido que se separa de la suspensión por el hidrociclón 66 se convierte a un filtrado que se envía a través de una salida 76 desde el hidrociclón hasta una entrada 77 de un tanque 78 de producto en el que el filtrado se recoge como el producto de lejía más baja en sal, de concentración más alta del procedimiento.

25 El producto de lejía acuoso se bombea hacia fuera del tanque 78 mediante una bomba 81 y se envía a través de una salida 82 de producto para uso adicional *in situ* en otros procedimientos y/o transporte a una ubicación *in situ* o *ex situ* para envío a granel y/o empaquetado previo al envío.

30 Cualquier rebosamiento de producto del tanque 78 se devuelve hasta una entrada 80 del tanque 44 a través de una salida 79 del tanque 78.

El producto de lejía en el tanque 78 contendrá alguna cantidad de clorato de sodio. Esa cantidad es hasta cierto punto una función de la temperatura de reacción. En general, una temperatura de reacción más baja dará como resultado una concentración de clorato más baja. Consecuentemente, determinados principios del procedimiento
35 inventivo se aplican a plantas que usan agua refrigerada, en lugar de agua de torres de enfriamiento, para permitir que la temperatura de reacción sea más baja. Por otro lado, la alta concentración del producto de lejía producido por el procedimiento inventivo permite su dilución mediante la adición de agua, y aunque eso reducirá necesariamente la concentración de lejía, también será eficaz para reducir la concentración de clorato.

40 El hidróxido de potasio puede sustituirse por hidróxido de sodio para producir hipoclorito de potasio de manera similar. Aunque se ha ilustrado y descrito una realización actualmente preferida de la invención, debe apreciarse que los principios de la invención son aplicables a todas las realizaciones que se encuentran dentro del alcance de las reivindicaciones que siguen a continuación en el presente documento.

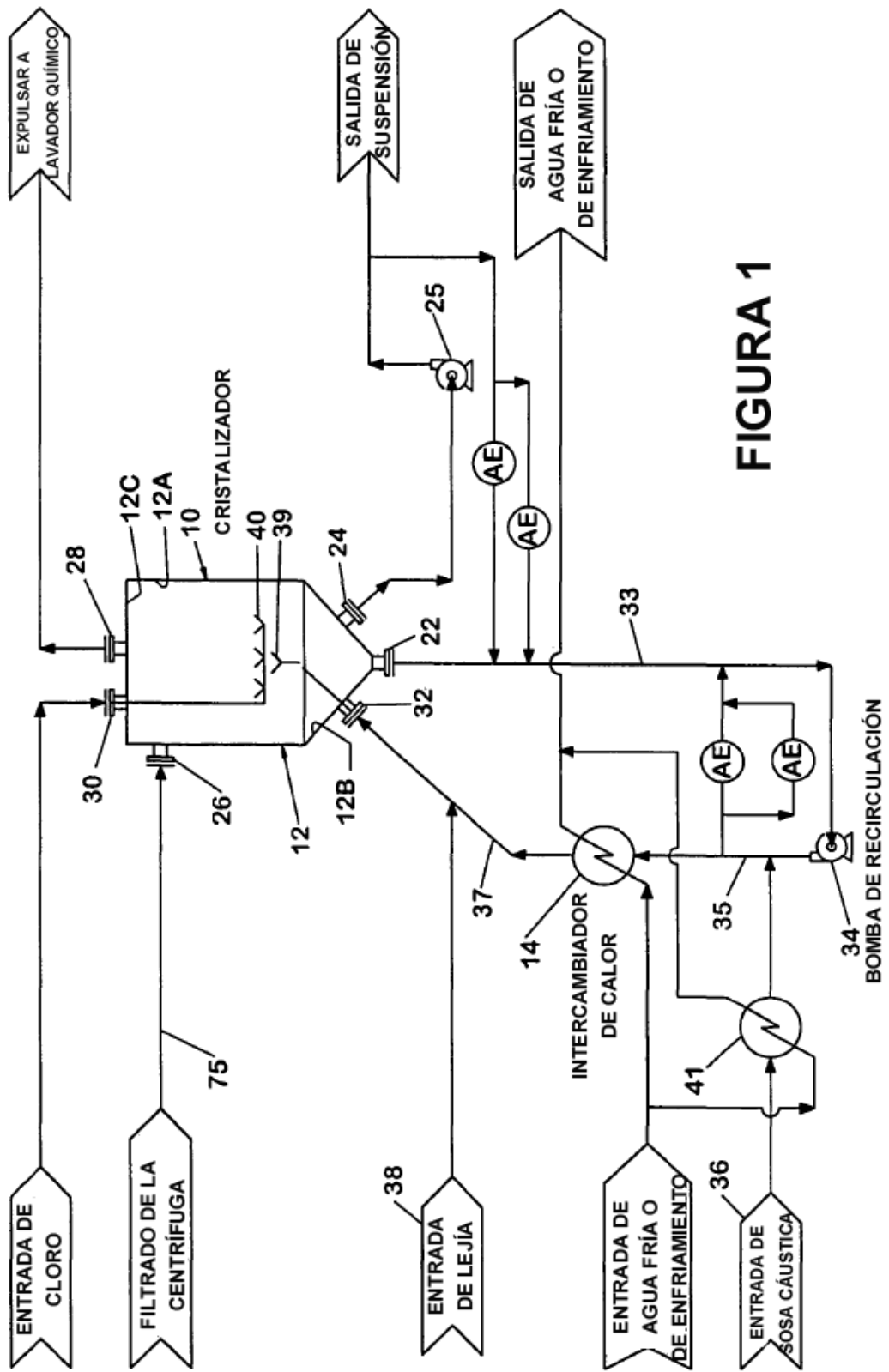
45

REIVINDICACIONES

1. Método para la fabricación continua de lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta a partir de lejía de hipoclorito de sodio acuoso de concentración más baja que tiene algo de hidróxido de sodio y que está esencialmente libre de cristales de cloruro de sodio (sal), comprendiendo el método:
- 5
- A) en un tanque, sostener una reacción continua que produce una suspensión de lejía de concentración más alta y cristales de sal sólidos introduciendo en el tanque
- 10
- 1) la lejía de hipoclorito de sodio acuoso de concentración más baja que tiene algo de hidróxido de sodio y está esencialmente libre de cristales de sal,
- 2) disolución de hidróxido de sodio acuoso que tiene una concentración en peso dentro de un intervalo de desde el 45% hasta el 51%, y
- 15
- 3) cloro en fase líquida y/o gaseosa que puede o no incluir elementos inertes, y
- 4) una disolución de recirculación;
- 20
- B) retirar continuamente suspensión del tanque a un nivel por debajo del cual la lejía de concentración más baja, la disolución de hidróxido de sodio, el cloro y la disolución de recirculación empiezan a mezclarse con la suspensión que ya está en el tanque;
- 25
- C) enfriar una primera porción de la suspensión retirada y usar la primera porción enfriada de la suspensión retirada como disolución de recirculación; y
- D) procesar una segunda porción de la suspensión retirada para separar sustancialmente todos los cristales de sal del líquido residual; y
- 30
- E) recuperar el líquido residual como lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, y de concentración más alta, en el que las etapas D) y E) comprenden:
- 35
- introducir continuamente la segunda porción de la suspensión retirada en un tanque adicional,
- agitar la suspensión en el tanque adicional,
- retirar continuamente suspensión del tanque adicional e introducirla en un dispositivo de espesamiento,
- 40
- en el dispositivo de espesamiento, extraer una porción sustancial de líquido de la suspensión como lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta, creando así una suspensión sustancialmente espesada,
- retirar continuamente la suspensión sustancialmente espesada del dispositivo de espesamiento e introducirla en una centrífuga de dos etapas,
- 45
- en la centrífuga de dos etapas, centrifugar continuamente la suspensión sustancialmente espesada en una primera etapa para eliminar más líquido y crear suspensión adicionalmente espesada, lavar la suspensión adicionalmente espesada, y centrifugar la suspensión adicionalmente espesada lavada en una segunda etapa para eliminar líquido y producir la sal cristalina sustancialmente seca, en la que el filtrado de la primera etapa de la centrífuga se devuelve al tanque.
- 50
2. Método según la reivindicación 1, en el que enfriar la primera porción de suspensión retirada comprende hacer fluir la primera porción de suspensión retirada a través de un intercambiador de calor.
- 55
3. Método según la reivindicación 2, en el que el intercambiador de calor funciona para transferir calor de la suspensión retirada al líquido de enfriamiento que fluye a través del intercambiador de calor a una diferencia de temperatura entre líquido de enfriamiento y suspensión controlada hasta un intervalo que se extiende desde aproximadamente 2,78 K (5°F) hasta aproximadamente 8,33 K (15°F).
- 60
4. Método según la reivindicación 3, en el que la diferencia de temperatura está controlada hasta un intervalo que se extiende desde 1,11 K (2°F) hasta 1,67 K (3°F).
- 65
5. Método según la reivindicación 2, en el que el enfriamiento proporcionado por el intercambiador de calor está controlado de manera que provoca que la temperatura de la suspensión pierda de desde 0,556 K (1°F) hasta 2,22 K (4°F), y preferiblemente desde 0,556 K (1°F) hasta 1,11 K (2°F), durante el paso a través del

intercambiador de calor.

- 5 6. Método según la reivindicación 2, en el que la temperatura de la primera porción de suspensión retirada permite el uso de agua de torres de enfriamiento para enfriar la suspensión, y el intercambiador de calor funciona para transferir calor de la primera porción de la suspensión retirada a agua de torres de enfriamiento que fluye a través del intercambiador de calor.
- 10 7. Método según la reivindicación 2, en el que el intercambiador de calor funciona para transferir calor de la suspensión retirada a agua refrigerada que fluye a través del intercambiador de calor.
- 15 8. Método según la reivindicación 1 que comprende arrastrar la lejía de concentración más baja, la disolución de hidróxido de sodio, y la disolución de recirculación antes de que se introduzcan en el tanque como mezcla que empieza a mezclarse con la suspensión ya en el tanque en una ubicación en la suspensión que es generalmente central a una pared lateral del tanque y libre de obstrucción a la pared lateral del tanque por cualquier pared intermedia ubicada hacia dentro de la pared lateral del tanque.
- 20 9. Método según la reivindicación 8 que comprende, antes de la etapa de enfriar la primera porción de la suspensión retirada, hacer pasar la disolución de hidróxido de sodio a través de su propio intercambiador de calor para enfriarla antes de arrastrarla con la primera porción de la suspensión retirada, y arrastrar la lejía de concentración más baja con la disolución de hidróxido de sodio arrastrada y la primera porción de la suspensión retirada.
- 25 10. Método según la reivindicación 1, en el que la etapa de agitar la suspensión en el tanque adicional comprende,
someter la suspensión en el tanque adicional a burbujeo con aire.
- 30 11. Método según la reivindicación 1, en el que las etapas de retirar continuamente suspensión del tanque adicional e introducirla en un dispositivo de espesamiento y de extraer una porción sustancial de líquido de la suspensión en el dispositivo de espesamiento como lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta, creando así una suspensión sustancialmente espesada comprenden,
35 introducir la suspensión del tanque adicional en un hidrociclón, y operar el hidrociclón para extraer una porción sustancial de líquido de la suspensión en el dispositivo de espesamiento como lejía de hipoclorito de sodio acuoso, más baja en sal, de concentración más alta, creando así una suspensión sustancialmente espesada.
- 40 12. Método según la reivindicación 11 que incluye además la etapa de introducir el líquido extraído del hidrociclón en un tanque aún adicional a un nivel por encima del de líquido previamente extraído ya en el tanque aún adicional, y cuando el líquido extraído que está introduciéndose en el tanque aún adicional produce que el nivel de líquido aumente hasta un límite superior, impedir que el nivel de líquido aumente adicionalmente produciendo que el líquido extraído fluya en el interior del tanque adicional en el que está agitándose la suspensión.
- 45 13. Método según la reivindicación 12, en el que el límite superior se define por una salida de rebosamiento del tanque aún adicional y la etapa de impedir que aumente adicionalmente el nivel de líquido produciendo que fluya el líquido extraído al interior del tanque adicional en el que está agitándose la suspensión comprende producir que fluya el líquido extraído por gravedad al interior del tanque adicional.
- 50 14. Método según la reivindicación 12 que incluye además retirar líquido del tanque aún adicional desde una zona inferior de líquido en el tanque aún adicional, y procesar el líquido retirado de la zona inferior de líquido para transporte a granel o empaquetado.
- 55 15. Método según la reivindicación 1 que comprende además producir el retorno del líquido retirado de la primera etapa de la centrífuga al tanque en el que la reacción continua está produciendo la suspensión.
16. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tanque tiene una pared inferior y una pared lateral vertical que definen conjuntamente un interior del tanque.



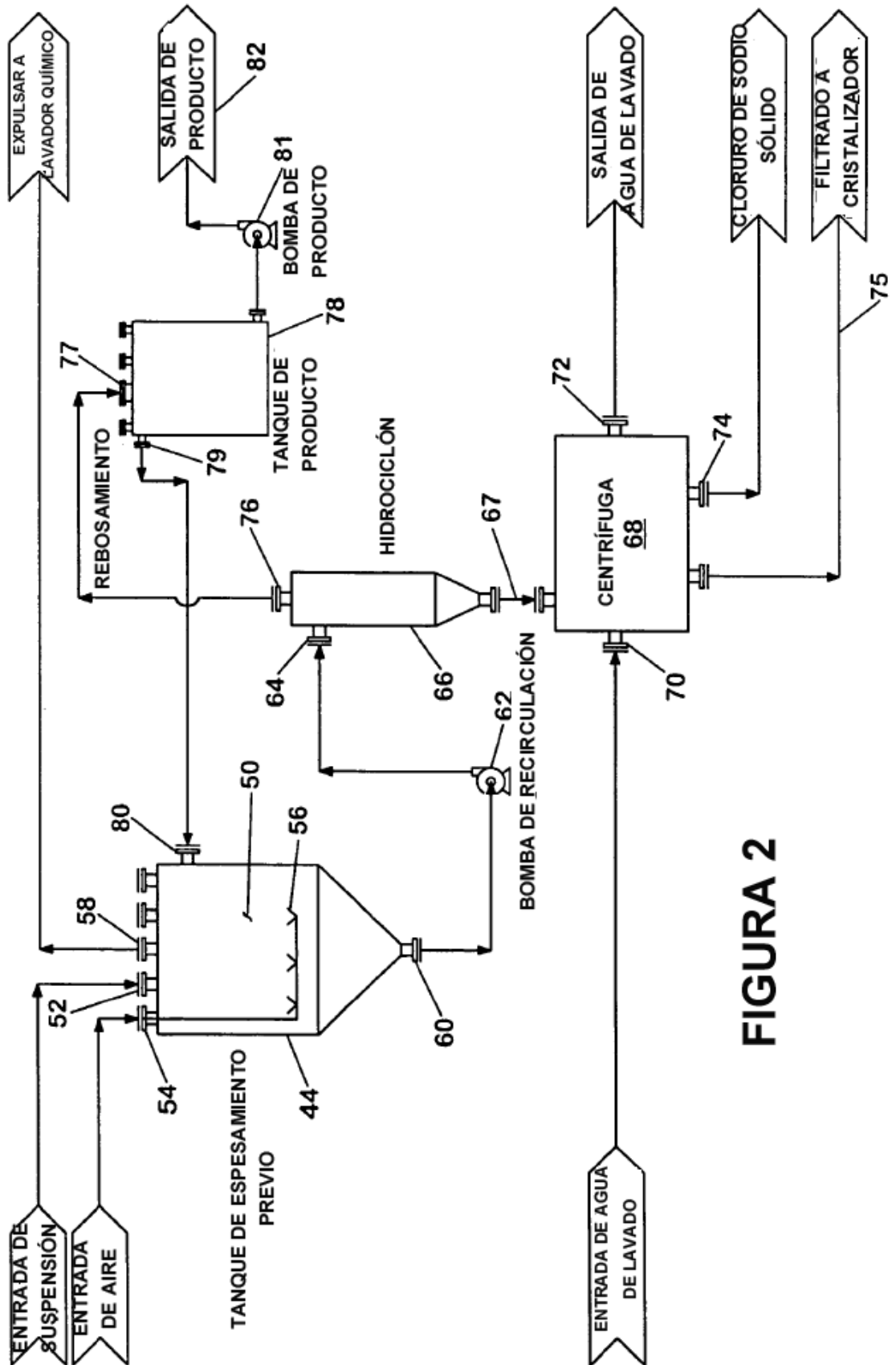


FIGURA 2