

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 628 149**

51 Int. Cl.:

B01D 61/36 (2006.01)

B01D 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.01.2014 PCT/EP2014/050268**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.07.2014 WO14114495**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.01.2014 E 14701152 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.03.2017 EP 2945718**

54 Título: **Sistema y procedimiento de cristalización**

30 Prioridad:

22.01.2013 DE 102013200998

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

01.08.2017

73 Titular/es:

**MAJOR BRAVO LIMITED (100.0%)
OMC Chambers Wickhams Cay 1
Road Town, Tortola, VG**

72 Inventor/es:

HEINZL, WOLFANG

74 Agente/Representante:

SALVA FERRER, Joan

ES 2 628 149 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

Sistema y procedimiento de cristalización

- 5 **[0001]** La presente invención se refiere a un sistema y a un procedimiento para la cristalización de una sustancia, en particular una sal, disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar.
- [0002]** La cristalización puede presentar diferentes campos de aplicación, por ejemplo el aislamiento en estado puro y de sustancias puras para el sector farmacéutico, entre otros, la cristalización fraccionada para precipitar dos o más sustancias presentes en una solución y la reducción del volumen de una solución con contenido en sal, así como la obtención de la(s) sal(es) por cristalización. Para el aislamiento en estado puro y de sustancias puras se debe procurar definir exactamente la cristalización, pudiéndose ajustar la sobresaturación mediante los parámetros caudal volumétrico, temperatura y potencial impulsor. En el caso de la cristalización fraccionada resulta ventajosa una cristalización lo más rápida posible en relación con la masa de los cristales, que también se puede ajustar mediante los parámetros caudal volumétrico, temperatura y potencial impulsor.
- 10 **[0003]** En el documento WO 2012/112601 A2 se describe un procedimiento de concentración con una posible cristalización en el que se aprovecha una diferencia de concentración. El inconveniente de este procedimiento reside en que en la solución que se ha de cristalizar se sumerge un aparato de placas en el que se condensa vapor procedente de un compresor de vapor. En este procedimiento resulta muy costoso suprimir o mantener reducida la ebullición de la solución. Si la solución hierve, cabe esperar efectos de escalación no deseados que provocan la incrustación por cristalización. Por ello, es necesario intentar evitar la ebullición de la solución mediante costosas técnicas de medición y control. Además, no es sencillo ajustar de forma definida la sobresaturación necesaria para la cristalización definida y el grado de sobresaturación.
- 20 **[0004]** Otros cristalizadores conocidos son los cristalizadores por evaporación, los cristalizadores de refrigeración de circulación forzada y los cristalizadores de vacío.
- 25 **[0005]** En los cristalizadores por evaporación la cristalización de la sal se produce por evaporación del disolvente.
- 30 **[0006]** Los cristalizadores de refrigeración de circulación forzada disponen de un cristizador tubular en el que se introduce la solución, así como de un rascador de cinta que extiende la solución introducida en el cristizador tubular por la pared del tubo. Allí, la solución se enfría, precipitándose cristales que son raspados por el rascador de cinta y transportados hacia una salida. La pasta de cristales y la solución residual se transportan a continuación a una centrífuga, en la que se separan.
- 35 **[0007]** En el caso de la cristalización al vacío, la solución saturada caliente se alimenta en un recipiente que se encuentra al vacío. Una parte de la solución que comienza a hervir bajo vacío se evapora. La energía de evaporación se obtiene de la solución, lo que provoca un enfriamiento de la solución. De este modo se obtiene en el recipiente de cristalización una solución sobresaturada por concentración y enfriamiento.
- 40 **[0008]** Puesto que los cristalizadores conocidos procesan volúmenes grandes, los parámetros de proceso, como, por ejemplo, la temperatura para controlar el proceso, solo se adaptan lentamente. Esto dificulta una cristalización exactamente definida. Tampoco es fácil realizar un enfriamiento lento y selectivo para cristalizar las diferentes sustancias sucesivamente, ni una separación selectiva en fracciones.
- 45 **[0009]** Por el documento WO 2012/062392 A2 se conoce un sistema de ósmosis directa con separación del disolvente mediante destilación por membranas. El documento DE 102008004237 A1 describe un dispositivo para filtrar una corriente de producto. El documento WO 2005/089914 A1 da a conocer un dispositivo para la destilación de soluciones en una membrana.
- 50 **[0010]** La invención se propone el objetivo de crear un sistema mejorado para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar, que garantice una cristalización fiable y energéticamente eficaz con una estructura lo más sencilla y compacta posible. Además, el sistema debe configurarse ventajosamente en forma de sistema de flujo modular. Asimismo se pretende indicar un procedimiento correspondiente.
- 55 **[0011]** En particular, el sistema de cristalización debe estar configurado de tal manera que el lugar de la cristalización pueda ser controlado por la velocidad de flujo y la temperatura de la solución salina. El sistema de cristalización debe permitir asimismo modificar rápidamente la velocidad de flujo y la temperatura por medio de volúmenes pequeños, evitar las interfases aire/gas en las que pueda producirse cristalización en el aparato, trabajar
- 60

protegiendo los cristales, configurar la forma de los cristales y el tamaño de partícula de manera que se puedan ajustar, realizar una cristalización fraccionada y separar los cristales durante el funcionamiento continuo.

5 **[0012]** El objetivo que se propone la invención se alcanza mediante un sistema para la cristalización de una sustancia, en particular una sal, disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar, que presenta un dispositivo de cristalización por el que fluye una solución a concentrar que presenta el disolvente con la sustancia que se desea cristalizar disuelta en él, y un líquido que presenta una temperatura menor que la solución a concentrar. El dispositivo de cristalización contiene al menos un canal de flujo que porta la solución a concentrar y al menos un canal de flujo que porta el líquido. El espacio interior de cada uno de los canales de flujo que portan la solución a
10 concentrar está limitado, al menos parcialmente, por una pared de membrana que es permeable al vapor del disolvente pero no al disolvente líquido. Un canal de flujo que porta el líquido está asignado y, en particular, adyacente a al menos un canal de flujo que porta la solución a concentrar.

15 **[0013]** Puesto que la solución a concentrar presenta una temperatura mayor y, en particular, una presión de vapor mayor que el líquido, la presión de vapor de la solución a concentrar es mayor en el interior del respectivo canal de flujo que en el lado contiguo de la pared de membrana. Esta diferencia en la presión de vapor que se establece a través de la pared de membrana hace que el disolvente de la solución a concentrar pase a través de la pared de membrana permeable al disolvente en forma de vapor.

20 **[0014]** La solución a concentrar se desplaza a lo largo de la pared de membrana por medio del canal de flujo, lo que da lugar a la extracción del disolvente de la solución a concentrar a su paso por el canal de flujo. A medida que la concentración de la sustancia disuelta que se desea cristalizar aumenta a lo largo de la pared de membrana en la solución a concentrar comienza la formación de gérmenes y la cristalización.

25 **[0015]** Gracias a esta configuración, el sistema se puede mantener de una forma relativamente sencilla y compacta con un rendimiento de cristalización relativamente alto. En particular, también se puede prever sin problemas un mayor número de canales de flujo que portan la solución a concentrar y de canales de flujo que portan el líquido, lo que aumenta de forma correspondiente la eficacia del sistema.

30 **[0016]** La pared de membrana permeable al vapor y estanca a líquidos puede ser la pared de un filamento hueco o de un tubo o un elemento plano. El dispositivo de cristalización puede estar construido, por ejemplo, en forma de haz de filamentos huecos o de tubos, módulo de placas o módulo de rollos. La pared de membrana puede fabricarse, por ejemplo, de materiales microporosos hidrófobos, por ejemplo de politetrafluoroetileno, polipropileno, polietileno o poli(fluoruro de vinilideno).
35

[0017] Mediante el uso de canales de flujo en el dispositivo de cristalización están en contacto volúmenes pequeños de la solución a concentrar con superficies grandes de intercambio de sustancias y de calor. Los volúmenes pequeños poseen una inercia térmica reducida y reaccionen rápidamente a cambios en los parámetros de proceso, como, por ejemplo, en la temperatura.
40

[0018] Para la cristalización se requiere una sobresaturación de la solución. La solución a concentrar ya puede presentar una concentración de la sustancia que se desea cristalizar próxima a la saturación en el momento que entra en el proceso. Al disminuir el disolvente en la solución a concentrar durante el proceso, la concentración aumenta, se alcanzan la saturación y la sobresaturación y se producen la formación de gérmenes y el crecimiento
45 de cristales. Mediante la velocidad de flujo y el gradiente impulsor a través de la membrana, provocado por la diferencia en la presión de vapor, se puede ajustar el grado de sobresaturación e influir así en la forma de los cristales y el tamaño de partícula. Asimismo se puede influir en el lugar de la cristalización por medio de la velocidad de flujo y la temperatura de la solución a concentrar.

50 **[0019]** Al inicio del proceso, el espacio adyacente al canal de flujo que porta la solución a concentrar puede estar relleno de líquido, parcialmente relleno de líquido o relleno de gas y encontrarse a presión normal o a presión reducida.

[0020] Puede concebirse que un canal de flujo que porta el líquido se halle directamente adyacente a la
55 pared de membrana de un canal de flujo que porta la solución a concentrar. Puesto que el líquido presenta una presión de vapor menor que la solución a concentrar, el disolvente que atraviesa la pared de membrana en forma de vapor llega directamente al canal de flujo que porta el líquido, se condensa allí y se mezcla con el líquido presente en el canal de flujo.

60 **[0021]** La cantidad de calor liberada por evaporación o vaporización del líquido que se ha de concentrar, impulsada por la diferencia en la presión de vapor, se introduce en forma de vapor a través de la pared de membrana en el líquido con la presión de vapor menor. Como consecuencia, se enfría la solución a concentrar y se

calienta el líquido adyacente a la pared de membrana por condensación del vapor que atraviesa la pared de membrana.

5 **[0022]** Como alternativa a la configuración antes descrita, de acuerdo con la invención está dispuesto entre un canal de flujo que porta la solución a concentrar y un canal de flujo que porta el líquido un canal de flujo previsto para evacuar el disolvente que ha atravesado la pared de membrana. El canal de flujo que porta el líquido está separado del canal de flujo previsto para evacuar el disolvente que ha atravesado la pared de membrana por una pared que, en particular, es estanca al vapor y al líquido del disolvente pero conductora de calor.

10 **[0023]** En esta configuración, el disolvente atraviesa la pared de membrana en forma de vapor y se condensa en la pared estanca al vapor y a líquidos que separa el canal de flujo adicional del canal de flujo que porta el líquido y mantiene una temperatura suficientemente baja para la condensación gracias al líquido frío. El canal de flujo adicional permite entonces la evacuación sencilla del disolvente penetrado a través de la pared de membrana y condensado. Al inicio del proceso, el canal de flujo previsto para la evacuación del disolvente penetrado a través de la pared de membrana puede estar relleno de aire ambiental y, una vez iniciado el proceso, se llena rápidamente con el disolvente penetrado a través de la pared de membrana.

20 **[0024]** Otra ventaja del canal de flujo adicional dispuesto entre el canal de flujo que porta la solución a concentrar y el canal de flujo que porta el líquido reside en que el disolvente que atraviesa la pared de membrana no diluye el líquido frío que se encuentra en el canal de flujo adyacente.

[0025] Con preferencia, el líquido fluye a través del dispositivo de cristalización en dirección contraria a la solución a concentrar. En principio, sin embargo, también se pueden concebir realizaciones en las que el líquido fluye a través del dispositivo de cristalización en la misma dirección que la solución a concentrar.

25 **[0026]** Para poder procesar caudales volumétricos mayores el dispositivo de cristalización comprende ventajosamente varios canales de flujo paralelos entre sí que portan la solución a concentrar, así como varios canales de flujo paralelos entre sí que portan el líquido. Mediante el número de canales de flujo dispuestos en paralelo se puede ajustar, para un caudal volumétrico dado, la velocidad de flujo de la solución a concentrar y se puede influir también en la cinética de la cristalización.

30 **[0027]** Ventajosamente se asignan dos canales de flujo que portan la solución a concentrar a al menos uno de los canales de flujo que portan el líquido. Los canales de flujo que portan la solución a concentrar pueden estar dispuestos ventajosamente en los lados opuestos del canal de flujo correspondiente que porta el líquido. Esta medida permite reducir el número de canales de flujo que portan el líquido.

[0028] Puede estar previsto que el dispositivo de cristalización presente varias fases dispuestas una detrás de otra, comprendiendo cada fase varios canales de flujo dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar. Además, puesto que al menos dos de las fases presentan un número diferente de canales de flujo que portan la solución a concentrar, la velocidad de flujo de la solución a concentrar aumenta en la fase con el menor número de canales de flujo y se influye en la cinética de la cristalización.

45 **[0029]** De acuerdo con la invención, la solución a concentrar se desplaza a lo largo de la pared de membrana y, por la diferencia en la presión de vapor que se genera a través de la pared de membrana, la concentración de la sustancia que se desea cristalizar aumenta a medida que aumenta el recorrido del canal de flujo. Esto produce la formación de gérmenes y la cristalización en el canal de flujo que porta la solución a concentrar. Entre la solución a concentrar y los cristales existe una diferencia de densidad que provoca que los cristales comiencen a sedimentar.

50 **[0030]** El canal de flujo que porta la solución a concentrar preferentemente se continúa hacia abajo con un recipiente colector de sedimento en el que se recoge el sedimento, es decir, los cristales generados. El recipiente colector de sedimento está ventajosamente relleno con la solución a concentrar, pero la solución a concentrar no fluye a través de él. En la parte inferior del recipiente colector de sedimento puede estar prevista una salida a través de la cual se puede vaciar el recipiente colector de sedimento, por ejemplo de forma controlada por un sensor.

55 **[0031]** Los cristales que se forman en el borde superior del canal de flujo que porta la solución a concentrar recorren la mayor distancia de sedimentación y presentan el tiempo de sedimentación máximo. Los cristales llegan al recipiente colector de sedimento al cabo de un tiempo máximo que resulta de la altura del canal de flujo y la velocidad de sedimentación. A partir del tiempo de sedimentación y la velocidad de flujo se puede calcular el recorrido máximo necesario para la sedimentación. En el caso de una destilación fraccionada, que se produce, por ejemplo, por la temperatura a lo largo de la pared de membrana, se puede considerar lo anterior para cada una de las sustancias que están cristalizando.

[0032] Para poder recuperar eficazmente el calor transmitido durante el proceso al líquido con la presión de vapor menor, el sistema contiene preferentemente un intercambiador de calor que enfría el líquido que sale del dispositivo de cristalización y calienta con la energía generada la solución a concentrar.

5 **[0033]** Para conseguir recuperar eficazmente el calor se requieren pequeñas diferencias de temperatura entre los líquidos que están en contacto a través de la pared de membrana. Sin embargo, dado que pequeñas diferencias de temperatura solo provocan una pequeña diferencia de potencial a través de la pared de membrana, se requieren superficies de membrana mayores para una transferencia suficiente de calor y sustancia.

10 **[0034]** Puede estar previsto que la solución a concentrar fluya tanto por los canales de flujo que portan la solución a concentrar como por los canales de flujo que portan el líquido. En otras palabras, se utiliza para el líquido con la presión de vapor menor el líquido que se ha de concentrar, el cual, sin embargo, debe presentar con este fin una temperatura menor que la que reina en los canales de flujo en los que se produce la cristalización.

15 **[0035]** En esta configuración, la solución que sale por una salida del al menos un canal de flujo que porta la solución a concentrar se puede conducir a un elemento de refrigeración para que pueda ser conducida, una vez enfriada lo suficiente, a una entrada del al menos un canal de flujo que porta el líquido. De forma correspondiente, una salida del al menos un canal de flujo que porta el líquido se puede continuar con un elemento calefactor y una entrada del al menos un canal de flujo que porta la solución a concentrar.

20

[0036] De acuerdo con la invención, el dispositivo de cristalización está construido en forma de sistema de flujo modular. El dispositivo de cristalización presenta para ello una pluralidad de elementos de marco que, para formar diferentes unidades funcionales como, en particular, el al menos un canal de flujo que porta la solución a concentrar y el al menos un canal de flujo que porta el líquido, se pueden combinar en pilas de al menos dos, en especial de al menos diez elementos de marco. Los elementos de marco presentan en cada caso un marco exterior provisto de canales, una zona interior central delimitada por el marco exterior y una zona colectora de sedimento dispuesta debajo de la zona interior central.

30 **[0037]** Con los elementos de marco el sistema, y en particular el dispositivo de cristalización, se puede montar de manera especialmente sencilla y variar según se desee. Los elementos de marco o las fases montadas con los elementos de marco se caracterizan por una forma relativamente sencilla y ofrecen diferentes posibilidades de conducir el líquido.

35 **[0038]** El dispositivo de cristalización presenta asimismo al menos dos tipos diferentes de elementos de marco que están combinados de forma alternante en una pila. La zona interior central de un tipo de elementos de marco forma una parte del al menos un canal de flujo que porta la solución a concentrar y la zona interior central del otro tipo de elementos de marco forma una parte del al menos un canal de flujo que porta el líquido.

40 **[0039]** A ambos lados de la zona interior central de un tipo de elementos de marco está dispuesta, en especial soldada, una pared de membrana que es permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido. La zona interior central de estos elementos de marco constituye entonces una parte del al menos un canal de flujo que porta la solución a concentrar.

45 **[0040]** Los elementos de marco del otro tipo presentan a ambos lados de la zona interior central respectivamente una hoja estanca a vapor y a líquidos que, en especial, puede estar soldada. La zona interior central de estos elementos de marco constituye entonces una parte del al menos un canal de flujo que porta el líquido con la presión de vapor baja.

50 **[0041]** En la configuración anterior, el apilamiento de los elementos de marco crea un espacio entre una pared de membrana y una hoja adyacente. De acuerdo con la invención, este espacio constituye una parte del canal de flujo previsto para la evacuación del disolvente penetrado a través de la pared de membrana.

55 **[0042]** El objetivo antes descrito se alcanza asimismo mediante un procedimiento para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar, haciendo pasar una solución a concentrar que contiene el disolvente con la sustancia que se desea cristalizar disuelta en él a través de al menos un canal de flujo y haciendo pasar un líquido que presenta una temperatura menor que la solución a concentrar a través de al menos otro canal de flujo. El espacio interior de cada canal de flujo que porta la solución a concentrar está delimitado, al menos parcialmente, por una pared de membrana permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido. Asimismo, cada canal de flujo que porta el líquido se halla adyacente a al menos un canal de flujo que porta la solución a concentrar, estableciéndose así a través de la pared de membrana una diferencia en la presión de vapor de manera que el disolvente de la solución a concentrar atraviesa la pared de membrana.

60

[0043] La invención se explica con más detalle a continuación mediante ejemplos de realización y haciendo referencia a los dibujos. Muestran:

La **Figura 1** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar, con un dispositivo de cristalización que presenta un canal de flujo que porta la solución a concentrar y un canal de flujo que porta el líquido;

la **Figura 2** una representación esquemática en perspectiva del sistema de la figura 1;

10 la **Figura 3** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema de cristalización con múltiples canales de flujo dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar y múltiples canales de flujo dispuestos en paralelo que portan el líquido:

la **Figura 4** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema de cristalización con dos fases dispuestas una detrás de otra que presentan cada una varios canales de flujo dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar;

la **Figura 5** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema de cristalización con varias fases dispuestas una detrás de otra que, en parte, presentan un número diferente de canales de flujo dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar;

la **Figura 6** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema de cristalización con un canal de flujo previsto entre un canal de flujo que porta la solución a concentrar y un canal de flujo que porta el líquido para evacuar el disolvente penetrado a través de la pared de membrana;

la **Figura 7** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema de cristalización con dos fases dispuestas una detrás de otra con canales de flujo respectivos previstos para la evacuación del disolvente penetrado a través de la pared de membrana;

30 la **Figura 8** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema de cristalización con intercambiadores de calor;

la **Figura 9** una representación esquemática de otro ejemplo de realización de un sistema de cristalización con intercambiadores de calor;

35 la **Figura 10** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un primer tipo de elementos de marco;

la **Figura 11** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un segundo tipo de elementos de marco;

la **Figura 12** una representación esquemática de otro ejemplo de realización de un primer tipo de elementos de marco;

45 la **Figura 13** una representación esquemática de otro ejemplo de realización de un segundo tipo de elementos de marco; y

la **Figura 14** una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema de cristalización con intercambiadores de calor en forma de elementos de marco.

50 **[0044]** La figura 1 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar. El disolvente puede ser, por ejemplo, agua y la sustancia disuelta en él, por ejemplo una sal.

55 **[0045]** Mientras que la figura 1 muestra una vista en planta del sistema, la figura 2 muestra el sistema esquemáticamente en una representación en perspectiva.

60 **[0046]** El sistema representado en las figuras 1 y 2 presenta un dispositivo de cristalización 10 a través del cual fluye una solución a concentrar 12 y un líquido 14 que presenta una temperatura menor que la solución a concentrar 12. La solución a concentrar 12 contiene el disolvente con la sustancia que se desea cristalizar disuelta en él. El dispositivo de cristalización 10 comprende un canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar y un canal de flujo 18 que porta el líquido 14. El espacio interior del canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12 está

delimitado, al menos parcialmente, por una pared de membrana 20 permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido.

- 5 **[0047]** El canal de flujo 18 que porta el líquido 14 es adyacente al canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12. En la forma de realización mostrada en las figuras 1 y 2, el canal de flujo 18 que porta el líquido 14 se halla directamente adyacente a la pared de membrana 20 del canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12. Además, el líquido 14 fluye a través del dispositivo de cristalización 10 en dirección contraria a la solución a concentrar 12.
- 10 **[0048]** Debido a su menor temperatura, el líquido 14 presenta una presión de vapor menor que la solución a concentrar 12. Por consiguiente, la presión de vapor en el espacio interior del canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12 es mayor que en el lado contiguo de la pared de membrana 20, es decir, en el espacio interior del canal de flujo 18 que porta el líquido 14. Esta diferencia en la presión de vapor a través de la pared de membrana 20 provoca que el disolvente de la solución a concentrar 12 atraviese la pared de membrana 20 en forma de vapor. A
15 su paso por el canal de flujo 16 se extrae de la solución a concentrar 12 el disolvente, que se añade al líquido 14. A medida que la concentración de la sustancia disuelta que se desea cristalizar aumenta a lo largo del canal de flujo 16 en la solución a concentrar 12 comienza la formación de gérmenes y la cristalización.
- 20 **[0049]** El canal de flujo 16 para la solución a concentrar 12 presenta, en su lado inferior, al menos parcialmente, un orificio que se continúa con un recipiente colector de sedimento 22. Los cristales generados durante la cristalización pueden sedimentar en el recipiente colector de sedimento 22. El canal de flujo 18 para el líquido 14 que genera la diferencia de potencial está cerrado por abajo. El recipiente colector de sedimento 22 está relleno con la solución a concentrar 12, pero la solución a concentrar 12 no fluye a través de él.
- 25 **[0050]** La pared de membrana 20 puede fabricarse, por ejemplo, de materiales microporosos hidrófobos, por ejemplo politetrafluoroetileno, polipropileno, polietileno o poli(fluoruro de vinilideno).
- [0051]** El flujo de la solución a concentrar 12 y del líquido 14 a través del canal de flujo 16 y 18, respectivamente, se puede generar, por ejemplo, con bombas, no mostradas en las figura 1 y 2. Por medio de las
30 bombas se puede ajustar la velocidad de flujo correspondiente.
- [0052]** La solución a concentrar 12 puede presentar, al entrar en el canal de flujo 16, una concentración de la sustancia que se desea cristalizar próxima a la saturación. A medida que disminuye el disolvente en la solución a concentrar 12, la concentración de la sustancia que se desea cristalizar asciende a lo largo del canal de flujo 16,
35 alcanzándose finalmente la saturación y sobresaturación y produciéndose la formación de gérmenes y el crecimiento de cristales. A través de la velocidad de flujo y el gradiente impulsor causado por la diferencia en la presión de vapor a través de la pared de membrana 20 se puede ajustar el grado de sobresaturación y se puede influir en la forma y el tamaño de partícula de los cristales generados.
- 40 **[0053]** En el caso de los procedimientos térmicos se debe procurar consumir poca energía térmica. Con el dispositivo de cristalización 10 mostrado en las figuras 1 y 2 esto se logra haciendo pasar la solución a concentrar 12 y el líquido 14 con una presión de vapor menor a contracorriente a lo largo de la pared de membrana 20. Resulta útil conducir corrientes con la misma capacidad térmica a través de los canales de flujo 16 y 18. La cantidad de calor liberada de la solución a concentrar 12 por vaporización / evaporación debido a la diferencia en la presión de vapor
45 se introduce en forma de vapor en el líquido 14. Con ello, la solución a concentrar 12 se enfría y el líquido 14 se calienta por condensación del vapor de disolvente que pasa a través de la pared de membrana.
- [0054]** La figura 3 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar con un dispositivo de
50 cristalización 10 que se compone de una fase 30. La fase 30 comprende varios canales de flujo 16 dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar 12, así como varios canales de flujo 18 dispuestos en paralelo que portan el líquido 14. En la forma de realización de la figura 3 la fase 30 comprende tres canales de flujo 16 y tres canales de flujo 18, aunque también se puede prever otro número de canales de flujo 16 y 18.
- 55 **[0055]** Los canales de flujo 16 y 18 están dispuestos en la fase 30 uno junto a otro y alternantes. Entre los canales de flujo 16 y 18 adyacentes está dispuesta una pared de membrana 20 que es permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido y que separa los respectivos canales 16 y 18. Los canales de flujo 16 y 18 separados por una pared de membrana 20 correspondiente son directamente adyacentes a los lados opuestos, respectivamente, de la pared de membrana. Como se muestra en la figura 3, esta disposición en la fase 30 implica
60 que dos de los canales de flujo 18 que portan el líquido 14 se hallan directamente adyacentes a dos canales de flujo 16 que portan la solución a concentrar 12.

- 5 **[0056]** La solución a concentrar 12 se alimenta en la fase 30 por el punto A y, a continuación, la solución a concentrar 12 fluye a través de los tres canales de flujo 16 de modo que, debido a la presión de vapor reducida del líquido 14, el disolvente pasa a través de las paredes de membrana 20 a los canales de flujo 18 adyacentes, donde se condensa en el líquido 14. La concentración de la sustancia que se desea cristalizar en la solución a concentrar 12 aumenta así a lo largo de los canales de flujo 16. Además, la solución a concentrar 12 se enfría durante este proceso. Finalmente, la solución 12 se evacúa de la fase 30 por el punto B.
- 10 **[0057]** Por el punto B se alimenta en la fase 30 el líquido 14 con la presión de vapor menor y a continuación se distribuye por los tres canales de flujo 18 paralelos. Durante el proceso que tiene lugar en la fase 30 el líquido se calienta por condensación del disolvente. El líquido 14 calentado abandona la fase 30 por el punto A. El líquido 14 fluye a través de la fase 30 en dirección contraria a la solución a concentrar 12.
- 15 **[0058]** Los canales de flujo 16 para la solución a concentrar 12 están al menos parcialmente abiertos por abajo hacia un espacio colector de sedimento 22. Los cristales generados durante el proceso sedimentan en los espacios colectores de sedimento 22. Los canales de flujo 18 para el líquido 14 que genera la diferencia de potencial, en cambio, están cerrados por abajo.
- 20 **[0059]** La figura 4 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar con un dispositivo de cristalización 10 compuesto por dos fases 32 y 34 dispuestas una detrás de otra. Las dos fases 32 y 34 constituyen imágenes especulares entre sí.
- 25 **[0060]** Las dos fases 32 y 34 presentan una estructura similar a la de la fase 30 representada en la figura 3. Ambas fases 32 y 34 contienen en cada caso varios canales de flujo 16 dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar 12, así como varios canales de flujo 18 dispuestos en paralelo que portan el líquido 14. Dos canales de flujo 16 y 18 directamente adyacentes están separados por una pared de membrana 20 que es permeable al disolvente en forma de vapor contenido en la solución a concentrar 12 pero no a la forma líquida.
- 30 **[0061]** La solución a concentrar 12 se alimenta por el punto A en la fase 32, pasa en el punto B a la fase 34 posterior y abandona la fase 34 en el punto C. El líquido 14 con la presión de vapor más baja se alimenta por el punto C en la fase 34, pasa en el punto B a la fase 32 y abandona la fase 32 en el punto A.
- 35 **[0062]** Al disponer las fases 32 y 34 una detrás de otra se suman los canales de flujo 16 en longitud, de modo que se pueden obtener de forma sencilla las longitudes de flujo necesarias para la sedimentación.
- 40 **[0063]** La figura 5 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar con un dispositivo de cristalización 10 que se compone de tres fases 36, 38 y 40 dispuestas una detrás de otra.
- 45 **[0064]** Las fases 36 y 40 presentan una estructura similar a la de la fase 34 de la figura 4, es decir que las fases 36 y 40 presentan en cada caso tres canales de flujo 16 dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar 12, así como tres canales de flujo 18 dispuestos en paralelo que portan el líquido 14, estando dispuesta entre dos canales de flujo 16 y 18 directamente adyacentes una pared de membrana 20.
- 50 **[0065]** La fase 38 presenta una estructura similar a la de la fase 32 de la figura 4, aunque solo contiene dos canales de flujo 16 dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar 12 y dos canales de flujo 18 dispuestos en paralelo que portan el líquido 14, con las paredes de membrana 20 correspondientes dispuestas entre ellos.
- 55 **[0066]** Siempre que el volumen de la solución a concentrar 12 que fluye a través de las fases 36, 38 y 40 por unidad de tiempo sea prácticamente el mismo para cada una de las fases 36, 38 y 40, la velocidad de flujo de la solución a concentrar 12 aumenta en la fase 38 con el número menor de canales de flujo 16, lo que influye en la cinética de la cristalización.
- 60 **[0067]** La figura 6 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar con un dispositivo de cristalización 10. El dispositivo de cristalización 10 comprende una fase 42 que, a modo de ejemplo, presenta tres canales de flujo 16 dispuestos en paralelo que portan la solución a concentrar 12 y dos canales de flujo 18 dispuestos en paralelo que portan el líquido 14. El espacio interior de un canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12 está delimitado, al menos parcialmente, por una pared de membrana 20 permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido.

[0068] En la forma de realización de la figura 6, un canal de flujo 18 que porta el líquido 14 no es directamente adyacente a la pared de membrana 20 del canal de flujo 16 adyacente que porta la solución a concentrar 12, sino que entre un canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12 y un canal de flujo 18 que porta el líquido 14 está dispuesto un canal de flujo 44 previsto para evacuar el disolvente penetrado a través de la pared de membrana 20. Además, los canales de flujo 18 que portan el líquido 14 están separados del canal de flujo 44 previsto para la evacuación del disolvente penetrado a través de la pared de membrana 20 por una pared 46 estanca a vapor y a líquido.

[0069] Puesto que la pared 46 estanca a vapor y a líquido es conductora de calor, el líquido 12 enfría, a través de la pared 46, la sustancia presente en el canal de flujo 44 y genera allí una presión de vapor que es menor que en el canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12, obteniéndose una diferencia en la presión de vapor a través de la pared de membrana 20 correspondiente. Impulsado por esta diferencia en la presión de vapor, el disolvente de la solución a concentrar 12 atraviesa en forma de vapor la pared de membrana 20 y se condensa en la pared 46 estanca al disolvente tanto en forma de vapor como en forma líquida que separa el canal de flujo 44 del canal de flujo 18 que porta el líquido 14. El canal de flujo 44 permite evacuar con facilidad el disolvente penetrado a través de la pared de membrana 20 y condensado.

[0070] Al inicio del proceso, el canal de flujo 44 previsto para la evacuación del disolvente penetrado a través de la pared de membrana 20 puede estar relleno de aire ambiental, aunque, una vez iniciado el proceso, se llena rápidamente con el disolvente. El canal de flujo 44 dispuesto entre un canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12 y un canal de flujo 18 que porta el líquido 14 evita que el disolvente que atraviesa la pared de membrana 20 diluya el líquido 14 presente en el canal de flujo 18 adyacente.

[0071] En la forma de realización mostrada en la figura 6 está dispuesta a ambos lados de cada uno de los canales de flujo 18 que portan el líquido 14 una pared 46 estanca a vapor y a líquido. La pared 46 se continúa directamente con un canal de flujo 44 para evacuar el disolvente. En su lado opuesto, cada uno de los canales de flujo 44 se halla directamente adyacente a una pared de membrana 20 que separa el canal de flujo 44 del canal de flujo 16 adyacente, presente al otro lado de la pared de membrana 20, para la solución a concentrar 12.

[0072] El líquido 14 fluye a través del dispositivo de cristalización 10 en dirección contraria a la solución a concentrar 12. Los canales de flujo 16 para la solución a concentrar 12 están al menos parcialmente abiertos por abajo hacia un espacio colector de sedimento 22. Los cristales generados durante el proceso sedimentan en los espacios colectores de sedimento 22. Los canales de flujo 18 para el líquido 14 que genera la diferencia de potencial, en cambio, están cerrados por abajo.

[0073] Si la pared de membrana 20 es microporosa y se produce una cristalización en la pared de membrana 20, puede ocurrir que los cristales crezcan atravesando la pared de membrana 20. Como consecuencia, la solución a concentrar 12 puede pasar del canal de flujo 16 al canal de flujo 18 a través de los cristales crecidos a través de la pared de membrana 20. En este caso, la presión relativa entre los canales de flujo 16 y 18 se puede ajustar de tal manera que las presiones en los canales de flujo 16 y 18 sean iguales o la presión en el canal de flujo 18 sea mayor que la del canal de flujo 16. De este modo se puede efectuar un retrolavado de los poros por los que han crecido los cristales. La diferencia de presión entre los canales de flujo 16 y 18 también se puede aplicar periódicamente.

[0074] La figura 7 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar con un dispositivo de cristalización 10 que se compone de dos fases 50 y 52 dispuestas una detrás de otra. Las fases 50 y 52 corresponden en su estructura a la fase 42 representada en la figura 6. En particular, las dos fases 50 y 52 presentan canales de flujo 44 dispuestos entre un canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12 y un canal de flujo 18 que porta el líquido 14 y previstos para evacuar el disolvente penetrado a través de la pared de membrana 20. Además, las fases 50 y 52 constituyen imágenes especulares entre sí.

[0075] La solución a concentrar 12 se alimenta en la fase 50 por el punto A, pasa por el punto B a la fase 52 posterior y abandona la fase 52 por el punto C. El líquido 14 frío se alimenta en la fase 52 por el punto C, pasa por el punto B a la fase 50 y abandona la fase 50 por el punto A. En los puntos A y C están previstas salidas para el disolvente evacuado por los canales de flujo 44.

[0076] La figura 8 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar con un dispositivo de cristalización 10. El dispositivo de cristalización 10 comprende una fase 54 que presenta la misma estructura que la fase 30 mostrada en la figura 3, aunque el flujo a través de la fase 54 es inverso con respecto al de la fase 30. El sistema representado en la figura 8 comprende además intercambiadores de calor 56, 58 y 60 para recuperar la energía.

- 5 **[0077]** En la figura 8, la solución a concentrar 12 entra, caliente, en el dispositivo de cristalización 10 por el punto A y fluye a través del dispositivo de cristalización 10 en dirección contraria al líquido 14, más frío. El líquido 14 enfriado entra en el dispositivo de cristalización 10 por el punto B. La solución a concentrar 12 se enfría por la conducción térmica a través de la pared de membrana 20 y la evaporación del disolvente de la solución a concentrar 12. En la misma proporción se calienta el líquido 14 por conducción térmica y condensación del disolvente. La solución a concentrar 12 enfriada abandona el dispositivo de cristalización 10 por el punto B. El líquido 14 calentado abandona el dispositivo de cristalización 10 por el punto A.
- 10 **[0078]** En el intercambiador de calor 56 se enfría el líquido 14 calentado que sale del dispositivo de cristalización 10 y se calienta la solución a concentrar 12 que sale del dispositivo de cristalización 10. En el intercambiador de calor 58 se sigue calentando la solución a concentrar 12 procedente del intercambiador de calor 56 hasta que sea más caliente que el líquido 14 que sale del dispositivo de cristalización 10 por el punto A. En el intercambiador de calor 60, el líquido 14 procedente del intercambiador de calor 56 se enfría hasta que sea más frío que la solución a concentrar 12 en el punto B, es decir, hasta que se haya alcanzado una diferencia de potencial suficiente para que la sustancia pase de la solución a concentrar 12 al líquido 14. Los intercambiadores de calor 58 y 60 pueden realizarse en general en forma de elemento calefactor o de refrigeración, respectivamente.
- 15 **[0079]** El caudal volumétrico del líquido 14 aumenta debido a la transferencia de sustancia desde la solución a concentrar 12. Este caudal volumétrico 62 adicional del líquido 14 se puede extraer del líquido 14 en el punto C. El caudal volumétrico de la solución a concentrar 12, reducido por la transferencia de sustancia, se puede rellenar, igualmente en el punto C, con un caudal volumétrico 64. Asimismo es posible eliminar del sistema, por el punto C, una parte 66 de la solución a concentrar 12.
- 20 **[0080]** La figura 9 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar con un dispositivo de cristalización 10. El dispositivo de cristalización 10 comprende dos fases 70 y 72 dispuestas una detrás de otra que presentan la misma estructura que las fases 50 y 52 mostradas en la figura 7, aunque el flujo a través de las fases 70 y 72 es inverso con respecto al de las fases 50 y 52.
- 25 **[0081]** En la forma de realización representada en la figura 9, la solución a concentrar 12 fluye tanto a través de los canales de flujo 16 como a través de los canales de flujo 18. Por lo tanto, la solución a concentrar 12, cuando fluye a través de los canales de flujo 18, sirve de refrigerante para generar la diferencia en la presión de vapor a través de las paredes de membrana 20.
- 30 **[0082]** Además del dispositivo de cristalización 10, el sistema representado en la figura 9 comprende intercambiadores de calor 74 y 76. El intercambiador de calor 74 sigue calentando la solución a concentrar 12 que sale de los canales de flujo 18 del dispositivo de cristalización 10 por el punto A y que ha sido precalentada al fluir a través de los canales de flujo 18. La solución a concentrar 12 se calienta de tal manera que, al fluir a través del dispositivo de cristalización 10, mantenga siempre un potencial impulsor de la solución a concentrar 12 calentada a través del canal de flujo 44 que evacúa el disolvente hasta el canal de flujo 18. La solución a concentrar 12 calentada por el intercambiador de calor 74 se introduce en los canales de flujo 16 de la fase 70.
- 35 **[0083]** El disolvente que se acumula en los canales de flujo 44 se puede evacuar del dispositivo de cristalización 10 por los lugares 78 u 80.
- 40 **[0084]** En el punto B, la solución a concentrar 12 des Enriquecida sale de los canales de flujo 16 del dispositivo de cristalización 10. La solución a concentrar 12 se puede evacuar después total o parcialmente con una corriente 82 procedente del sistema. Si la solución a concentrar 12 que sale del dispositivo de cristalización 10 por el punto B se vuelve a introducir total o parcialmente en el dispositivo de cristalización 10, la solución a concentrar 12 se enfría mediante el intercambiador de calor 76 hasta que, al entrar en los canales de flujo 18 por el punto B, presente una temperatura tal que en los canales de flujo 16 exista siempre un potencial impulsor a través de los canales de flujo 44 hacia la solución a concentrar 12. La solución a concentrar 12 puede reponerse a través de una corriente 84. La solución a concentrar 12 enfriada mediante el intercambiador de calor 76 se introduce en los canales de flujo 18 de la fase 72.
- 45 **[0085]** El intercambiador de calor 74 se calienta mediante una corriente de caldeo 86 y el intercambiador de calor 76 se enfría mediante una corriente de refrigeración 88. De forma alternativa, se pueden usar elementos calefactores y de refrigeración configurados de otra manera.
- 50 **[0086]** El sistema descrito para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar, y en particular el dispositivo de cristalización, se pueden construir con múltiples elementos de marco que
- 55
- 60

se pueden combinar para formar diferentes unidades funcionales. El dispositivo de cristalización 10 se puede componer, por ejemplo, de dos tipos de elementos de marco diferentes combinados de forma alternante en una pila. En las figuras 10 y 11, y 12 y 13, se muestran parejas de elementos de marco de este tipo, que se describen a continuación.

5

[0087] La figura 10 muestra un elemento de marco 100 de un primer tipo de elementos de marco para el dispositivo de cristalización 10. El elemento de marco 100 presenta un marco exterior provisto de un canal distribuidor 102 y de un canal colector 104, una zona interior central 106 delimitada por el marco exterior, así como una zona colectora de sedimento 108 dispuesta debajo de la zona interior central 106. Además, el elemento de marco 100 está provisto, a ambos lados, de una estructura de bordes soldados 109 que limita los canales 102 y 104, la zona interior central 106 y la zona colectora de sedimento 108.

10

[0088] Los canales distribuidor y colector 102 y 104 están conectados cada uno con la zona interior central 106 a través de un orificio 110 y 112, respectivamente, dispuesto en el elemento de marco 100. La zona interior central 106 también está conectada con la zona colectora de sedimento 108 a través de un orificio 114 dispuesto en el elemento de marco 100.

15

[0089] El canal distribuidor 102 conduce la solución a concentrar 12 a la zona interior central 106 a través del orificio 110. Desde allí, la solución a concentrar 12 llega al canal colector 104 a través del orificio 112. A través del orificio 114 pueden sedimentar los cristales en la zona colectora de sedimento 108. Debajo de la zona colectora de sedimento 108 puede estar previsto un orificio 116 en el elemento de marco 100 a través del cual se pueden eliminar los cristales sedimentados en la zona colectora de sedimento 108. La zona interior central 106 del elemento de marco 100 puede presentar una estructura de rejilla para mezclar la solución a concentrar 12.

20

[0090] La figura 11 muestra un elemento de marco 120 de un segundo tipo de elementos de marco para el dispositivo de cristalización 10. Igual que el elemento de marco 100 representado en la figura 10, el elemento de marco 120 presenta un marco exterior provisto de un canal distribuidor 102 y de un canal colector 104, una zona interior central 106 delimitada por el marco exterior, así como una zona colectora de sedimento 108 dispuesta debajo de la zona interior central 106. A diferencia del elemento de marco 100, el canal distribuidor 102, el canal colector 104 y la zona colectora de sedimento 108 del elemento de marco 120 no están conectados con la zona interior central 106 mediante orificios dispuestos en el elemento de marco 120. El elemento de marco 120 está provisto, a ambos lados, de una estructura de bordes soldados 109.

25

30

[0091] En el elemento de marco 120 se genera la diferencia de potencial para la concentración y cristalización. El elemento de marco 120 está provisto, a ambos lados, de una pared de membrana 20 permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido. La pared de membrana 20 cubre toda la zona interior central 106, no estando cubiertos por la pared de membrana 20 el canal distribuidor 102, el canal colector 104 y la zona colectora de sedimento 108. La pared de membrana 20 preferentemente está soldada al elemento de marco 120.

35

40

[0092] El líquido 14 con la presión de vapor menor en comparación con la solución a concentrar 12 se introduce en la zona interior central 106 o se evacúa de ella a través de las entradas 122 y las salidas 124 dispuestas en las esquinas de la zona interior central 106. La zona interior central 106 del elemento de marco 120 puede presentar una estructura de rejilla para mezclar el líquido 14 y sostener la pared de membrana 20. Las entradas y salidas 122 y 124 no están cubiertas por la pared de membrana 20.

45

[0093] Los canales de las entradas 122 y 124 atraviesan asimismo el elemento de marco 100 mostrado en la figura 10, pero, a diferencia del elemento de marco 120, las entradas 122 y 124 del elemento de marco 100 no están conectadas mediante orificios con la zona interior central 106.

50

[0094] Los tipos de elementos de marco 100 y 120 mostrados en las figuras 10 y 11 se pueden soldar entre sí mediante la estructura de bordes soldados 109 para formar pilas, colocándose los elementos de marco 100 y 120 en hilera. Igualmente se pueden concebir otras formas de unión, como, por ejemplo, la adhesión. Los elementos de marco 100 y 120 están realizados convenientemente de tal manera que los canales distribuidores 102, los canales colectores 104, las zonas colectoras de sedimento 108, así como las entradas 122 y las salidas 124 de los elementos de marco 100 y 120 colocados en hilera queden alineados entre sí.

55

[0095] Con los elementos de marco 100 y 120 se pueden crear dispositivos de cristalización 10 en los que un canal de flujo 18 que porta el líquido 14 se halla directamente adyacente a la pared de membrana 20 de un canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12. En las figuras 1 a 5 y 8 se muestran ejemplos de este tipo de dispositivos de cristalización.

60

[0096] Con los elementos de marco mostrados en las figuras 12 y 13 se pueden fabricar dispositivos de cristalización 10 como los que se muestran, por ejemplo, en las figuras 6, 7 y 9 y en los que, entre un canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12 y el canal de flujo 18 que porta el líquido 14, está dispuesto un canal de flujo 44 previsto para evacuar el disolvente penetrado a través de la pared de membrana 20.

5

[0097] La figura 12 muestra un elemento de marco 130 de un primer tipo de elementos de marco que coincide en gran medida con el elemento de marco 100 representado en la figura 10. Igual que el elemento de marco 100 representado en la figura 10, el elemento de marco 130 presenta un marco exterior provisto de un canal distribuidor 102 y de un canal colector 104, una zona interior central 106 delimitada por el marco exterior, así como una zona colectora de sedimento 108 dispuesta debajo de la zona interior central 106. Los canales distribuidor y colector 102 y 104 están conectados asimismo con la zona interior central 106 a través de un orificio 110 y 112, respectivamente, dispuesto en el elemento de marco 130. La zona interior central 106 está conectada con la zona colectora de sedimento 108 a través de un orificio 114 dispuesto en el elemento de marco 130. Debajo de la zona colectora de sedimento 108 está previsto un orificio 116 para eliminar los cristales sedimentados en la zona colectora de sedimento 108. Los canales de las entradas 122 y salidas 124 también atraviesan el elemento de marco 130, pero no están abiertos hacia la zona interior central 106.

[0098] El elemento de marco 130 asimismo está provisto, a ambos lados, de una pared de membrana 20 permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido. La pared de membrana 20 cubre toda la zona interior central 106, no estando cubiertos por la pared de membrana 20 el canal distribuidor 102, el canal colector 104, la zona colectora de sedimento 108, las entradas 122 y las salidas 124. La pared de membrana 20 preferentemente está soldada al elemento de marco 130.

[0099] El elemento de marco 130 presenta asimismo pasos 132 a través de los cuales se puede evacuar el disolvente penetrado a través de la pared de membrana 20. Los pasos 132 no están cubiertos por la pared de membrana 20.

[0100] Durante el proceso de cristalización, la solución a concentrar 12 es conducida a través del canal distribuidor 102 y el orificio 110 a la zona interior central 106 del elemento de marco 130. Desde allí, la solución a concentrar 12 llega, a través del orificio 112, al canal colector 104. Los cristales generados pueden sedimentar en la zona colectora de sedimento 108 a través del orificio 114. La zona interior central 106 del elemento de marco 130 puede presentar una estructura de rejilla para mezclar la solución a concentrar 12 y sostener la pared de membrana 20.

[0101] La figura 13 muestra un elemento de marco 140 de un segundo tipo de elementos de marco que coincide en gran medida con el elemento de marco 120 representado en la figura 11. Igual que el elemento de marco 120 representado en la figura 11, el elemento de marco 140 presenta un marco exterior provisto de un canal distribuidor 102 y de un canal colector 104, una zona interior central 106 delimitada por el marco exterior, así como una zona colectora de sedimento 108 dispuesta debajo de la zona interior central 106. El canal distribuidor 102, el canal colector 104 y la zona colectora de sedimento 108 no están conectados con la zona interior central 106 mediante orificios dispuestos en el elemento de marco 140. Además, en las esquinas de la zona interior central 106 están dispuestas entradas 122 y salidas 124. Asimismo están incorporados pasos 132 en el elemento de marco 140.

[0102] El elemento de marco 140 está provisto, a ambos lados, de una hoja 142 estanca a vapor y a líquido. La hoja 142 cubre toda la zona interior central 106, no estando cubiertos por la hoja 142 el canal distribuidor 102, el canal colector 104, la zona colectora de sedimento 108, las entradas 122, las salidas 124 y los pasos 132. La hoja 142 preferentemente está soldada al elemento de marco 140.

[0103] El líquido 14 con la presión de vapor menor en comparación con la solución a concentrar 12 se introduce en la zona interior central 106 del elemento de marco 140 o se evacúa de ella a través de las entradas 122 y las salidas 124. La zona interior central 106 del elemento de marco 140 puede presentar una estructura de rejilla para mezclar el líquido 14 y sostener la hoja 142.

[0104] Para montar un dispositivo de cristalización 10, los elementos de marco 130 y 140 se colocan de forma alternante en hilera y, preferentemente, se sueldan entre sí. Los elementos de marco 130 y 140 convenientemente están realizados de tal manera que los canales distribuidores 102, los canales colectores 104, las zonas colectoras de sedimento 108, las entradas 122, las salidas 124 y los pasos 132 de los elementos de marco 130 y 140 colocados en hilera estén alineados entre sí.

[0105] Durante el funcionamiento del dispositivo de cristalización 10, el disolvente penetrado a través de la pared de membrana 20 se acumula en el espacio que se ha formado entre una pared de membrana 20 y la hoja 142 adyacente por la colocación alternante en hilera de los elementos de marco 130 y 140. El disolvente acumulado allí

se puede evacuar después a través de los pasos 132.

[0106] Los materiales adecuados para los elementos de marco 100, 120, 130 y 140 antes descritos son, por ejemplo, polipropileno, polietileno, poliamidas y poli(fluoruro de vinilideno).

5

[0107] La figura 14 muestra una representación esquemática de un ejemplo de realización de un sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar con un dispositivo de cristalización 10. El dispositivo de cristalización 10 comprende dos fases 150 y 152 dispuestas una detrás de otra que son idénticas a las fases 70 y 72 mostradas en la figura 9. Los intercambiadores de calor 74 y 76 representados en la figura 9 se han sustituido en la figura 14 por intercambiadores de calor 154 y 158 formados por los elementos de marco 130 y 140.

[0108] El intercambiador de calor 154 se compone de elementos de marco 130 y 140, en el que los elementos de marco 130 y 140 se alternan formando pilas y la pared de membrana 20 se ha suprimido en el elemento de marco 130. La solución a concentrar 12 fluye por las zonas interiores centrales 106 de los elementos de marco 130, mientras que por las zonas interiores centrales 106 de los elementos de marco 140 fluye una corriente de caldeo 160 alimentada en el intercambiador de calor 154 desde el exterior. Como alternativa también sería concebible hacer pasar la solución a concentrar 12 por las zonas interiores centrales 106 de los elementos de marco 140 y la corriente de caldeo 160, por las zonas interiores centrales 106 de los elementos de marco 130.

20

[0109] La solución a concentrar 12 sale por el punto A de los canales de flujo 18 del dispositivo de cristalización 10 y entra en el intercambiador de calor 154. La solución a concentrar se calienta al atravesar el intercambiador de calor 154 por transferencia de calor desde la corriente de caldeo 160 a través de las hojas 142 de los elementos de marco 140. La solución a concentrar 12 así calentada se introduce en los canales de flujo 16 del dispositivo de cristalización 10 por el punto A.

25

[0110] El intercambiador de calor 158 se compone de forma correspondiente de elementos de marco 130 y 140, en el que los elementos de marco 130 y 140 se alternan formando pilas y la pared de membrana 20 se ha suprimido en el elemento de marco 130. La solución a concentrar 12 fluye por las zonas interiores centrales 106 de los elementos de marco 130, mientras que por las zonas interiores centrales 106 de los elementos de marco 140 fluye una corriente de refrigeración 162 alimentada en el intercambiador de calor 158 desde el exterior.

30

[0111] La solución a concentrar 12 sale por el punto B de los canales de flujo 16 del dispositivo de cristalización 10 y entra en el intercambiador de calor 158. La solución a concentrar 12 se enfría con la ayuda de la corriente de refrigeración 162 al atravesar el intercambiador de calor 158. A continuación, la solución a concentrar 12 enfriada se introduce en los canales de flujo 18 del dispositivo de cristalización 10 por el punto B.

35

[0112] Por el enfriamiento continuo de la solución a concentrar 12 que tiene lugar en el intercambiador de calor 158 se reduce la solubilidad de la mayoría de las sustancias disueltas y se produce una cristalización adicional. Los cristales así generados sedimentan en los recipientes colectores de sedimento 22 formados por las zonas colectoras de sedimento 108 de los elementos de marco 130 y 140.

40

[0113] El disolvente recogido en los canales de flujo 44 del dispositivo de cristalización 10 se puede evacuar a través de los pasos 132 dispuestos en los elementos de marco 130 y 140 y abandona el sistema en los lugares 164 y 166.

45

[0114] Como alternativa a la pared de membrana 20 permeable a vapor pero estanca a líquidos se puede utilizar en los dispositivos de cristalización 10 antes descritos una pared de membrana selectiva de iones, en la que a un lado se encuentra, en lugar del líquido 14, una solución de succión de alta concentración y, por tanto, elevada presión osmótica y al otro lado se encuentra la solución a concentrar 12 con una concentración menor y una presión osmótica menor. Debido a las diferencias de concentración y la diferencia en la presión osmótica relacionada con ellas el disolvente atraviesa la membrana selectiva de iones hacia la solución de succión. Los iones de la sustancia que se desea cristalizar son retenidos por la pared de membrana y se produce la concentración deseada de la solución.

50

[0115] Hay que tener en cuenta que en el caso de la ósmosis directa, el canal de flujo 18 que porta la solución de succión siempre es directamente adyacente a la pared de membrana selectiva de iones del canal de flujo 16 que porta la solución a concentrar 12. Por consiguiente, la ósmosis directa solo se puede realizar con los dispositivos de cristalización 10 mostrados en las figuras 1 a 5 y 8, así como con los elementos de marco 100 y 120

55

mostrados en las figuras 10 y 11. Todas las configuraciones descritas en relación con estas figuras se pueden usar para la ósmosis directa.

Lista de símbolos de referencia

5	
	[0116]
10	Dispositivo de cristalización
12	Solución a concentrar
10 14	Líquido
16	Canal de flujo
18	Canal de flujo
20	Pared de membrana
22	Recipiente colector de sedimento
15 30	Fase
32	Fase
34	Fase
36	Fase
38	Fase
20 40	Fase
42	Fase
44	Canal de flujo
46	Pared
50	Fase
25 52	Fase
54	Fase
56	Intercambiador de calor
58	Intercambiador de calor
60	Intercambiador de calor
30 62	Caudal
64	Caudal
66	Caudal
70	Fase
72	Fase
35 74	Intercambiador de calor
76	Intercambiador de calor
78	Lugar
80	Lugar
82	Corriente
40 84	Corriente
86	Corriente de caldeo
88	Corriente de refrigeración
100	Elemento de marco
102	Canal distribuidor
45 104	Canal colector
106	Zona interior central
108	Zona colectora de sedimento
109	Estructura de bordes soldados
110	Orificio
50 112	Orificio
114	Orificio
116	Orificio
120	Elemento de marco
122	Entrada
55 124	Salida
130	Elemento de marco
132	Paso
140	Elemento de marco
142	Hoja

150	Fase
152	Fase
154	Intercambiador de calor
158	Intercambiador de calor
5 160	Corriente de caldeo
162	Corriente de refrigeración
164	Lugar
166	Lugar

REIVINDICACIONES

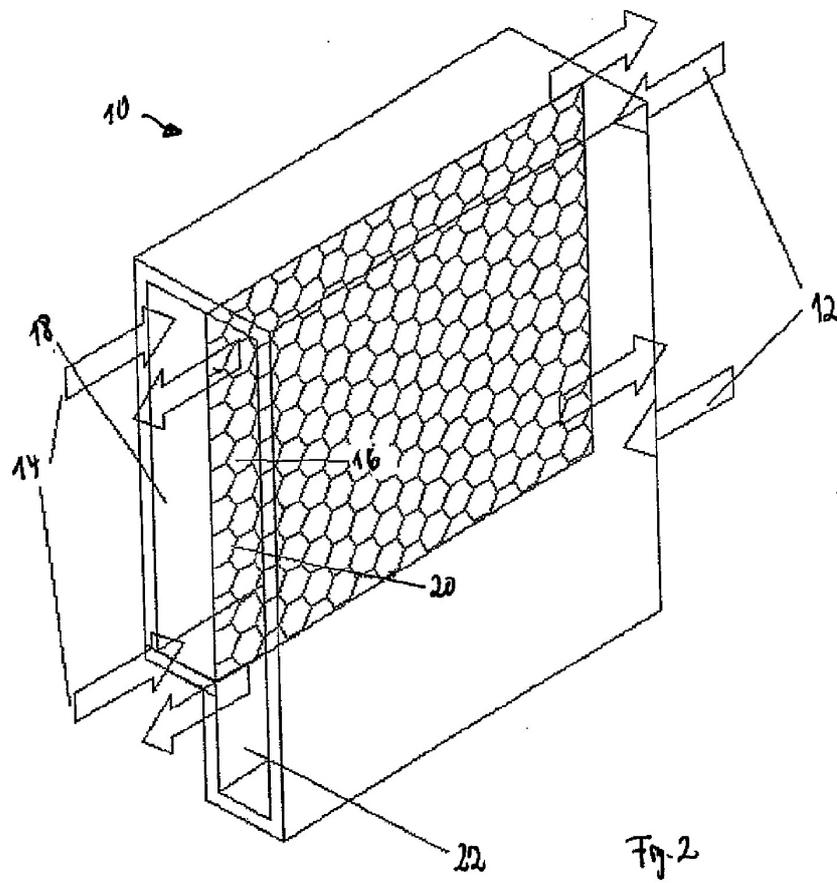
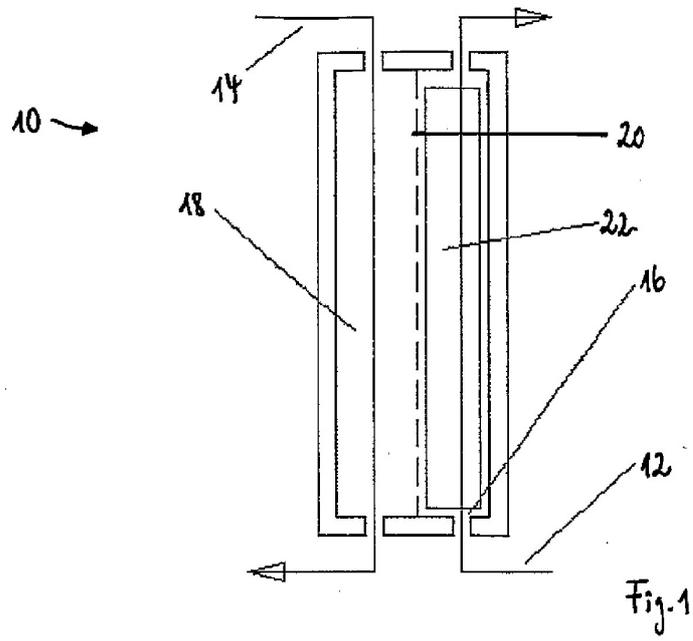
1. Sistema para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar, con un dispositivo de cristalización (10) por el que fluye una solución a concentrar (12) que presenta el disolvente con la sustancia que se desea cristalizar disuelta en él y un líquido (14) que presenta una temperatura menor que la solución a concentrar (12), presentando el dispositivo de cristalización (10) al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) y al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14), estando delimitado el espacio interior de un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) al menos parcialmente por una pared de membrana (20) permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido y siendo un canal de flujo (18) que porta el líquido (14) adyacente a al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12), por medio de lo cual se establece una diferencia en la presión de vapor a través de la pared de membrana (20) de manera que el disolvente de la solución a concentrar (12) pasa a través de la pared de membrana (20), **caracterizado porque** el dispositivo de cristalización (10) presenta una pluralidad de elementos de marco (100, 120, 130, 140) que, para formar diferentes unidades funcionales como, en particular, el al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) y el al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14), se pueden combinar en pilas de al menos dos, en especial de al menos diez elementos de marco (100, 120, 130, 140), presentando los elementos de marco (100, 120, 130, 140) en cada caso un marco exterior provisto de canales (102, 104), una zona interior central (106) delimitada por el marco exterior y una zona colectora de sedimento (108) dispuesta debajo de la zona interior central (106), presentando el dispositivo de cristalización (10) al menos dos tipos diferentes de elementos de marco (100, 120, 130, 140) que están combinados de forma alternante en una pila, formando la zona interior central (106) de un tipo de elementos de marco (100, 130) una parte del al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) y formando la zona interior central (106) del otro tipo de elementos de marco (120, 140) una parte del al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14), estando dispuesta, en particular soldada, a ambos lados de la zona interior central (106) de un tipo de elementos de marco (120, 130) una pared de membrana (20) que es permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido, estando dispuesta, en particular soldada, a ambos lados de la zona interior central (106) del otro tipo de elementos de marco (140) una hoja (142) estanca al vapor y a líquidos y formando un espacio entre una pared de membrana (20) y una hoja adyacente (142) una parte del canal de flujo (44) previsto para la evacuación del disolvente penetrado a través de la pared de membrana (20).
2. Sistema según una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el líquido (14) fluye a través del dispositivo de cristalización (10) en dirección opuesta a la solución a concentrar (12).
3. Sistema según una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el dispositivo de cristalización (10) presenta varias fases (36, 38, 40) dispuestas una detrás de otra, comprendiendo cada fase (36, 38, 40) varios canales de flujo (16) que portan la solución a concentrar (12) y presentando al menos dos de las fases (36, 38, 40) un número diferente de canales de flujo (16) que portan la solución a concentrar (12).
4. Sistema según una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el sistema presenta un intercambiador de calor (56) que enfría el líquido (14) que sale del dispositivo de cristalización (10) y calienta con la energía generada la solución a concentrar (12).
5. Sistema según una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el sistema presenta un elemento de refrigeración (76) y un elemento calefactor (74) y la solución a concentrar (12) fluye tanto a través del al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) como a través del al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14), siguiendo a una salida del al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) el elemento de refrigeración (76) y una entrada del al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14), y siguiendo a una salida del al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14) el elemento calefactor (74) y una entrada del al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12).
6. Procedimiento para la cristalización de una sustancia disuelta en un disolvente y que se desea cristalizar, en el que una solución a concentrar (12) que presenta el disolvente con la sustancia que se desea cristalizar disuelta en él se conduce por al menos un canal de flujo (16) y un líquido (14) que presenta una temperatura menor que la solución a concentrar (12) se conduce por al menos otro canal de flujo (18), presentando un dispositivo de cristalización (10) el al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) y el al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14), estando delimitado el espacio interior de un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) al menos parcialmente por una pared de membrana (20) permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido y siendo un canal de flujo (18) que porta el líquido (14) adyacente a al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12), por medio de lo cual se

establece una diferencia en la presión de vapor a través de la pared de membrana (20) de manera que el disolvente de la solución a concentrar (12) pasa a través de la pared de membrana (20), **caracterizado porque** el dispositivo de cristalización (10) presenta una pluralidad de elementos de marco (100, 120, 130, 140) que, para formar diferentes unidades funcionales como, en particular, el al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a

5 concentrar (12) y el al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14), se pueden combinar en pilas de al menos dos, en especial de al menos diez elementos de marco (100, 120, 130, 140), presentando los elementos de marco (100, 120, 130, 140) en cada caso un marco exterior provisto de canales (102, 104), una zona interior central (106) delimitada por el marco exterior y una zona colectora de sedimento (108) dispuesta debajo de la zona interior central (106), presentando el dispositivo de cristalización (10) al menos dos tipos diferentes de elementos de marco

10 (100, 120, 130, 140) que están combinados de forma alternante en una pila, formando la zona interior central (106) de un tipo de elementos de marco (100, 130) una parte del al menos un canal de flujo (16) que porta la solución a concentrar (12) y formando la zona interior central (106) del otro tipo de elementos de marco (120, 140) una parte del al menos un canal de flujo (18) que porta el líquido (14), estando dispuesta, en particular soldada, a ambos lados de la zona interior central (106) de un tipo de elementos de marco (120, 130) una pared de membrana (20) que es

15 permeable al disolvente en forma de vapor pero no al disolvente líquido, estando dispuesta, en particular soldada, a ambos lados de la zona interior central (106) del otro tipo de elementos de marco (140) una hoja (142) estanca al vapor y a líquidos y formando un espacio entre una pared de membrana (20) y una hoja adyacente (142) una parte del canal de flujo (44) previsto para la evacuación del disolvente penetrado a través de la pared de membrana (20).



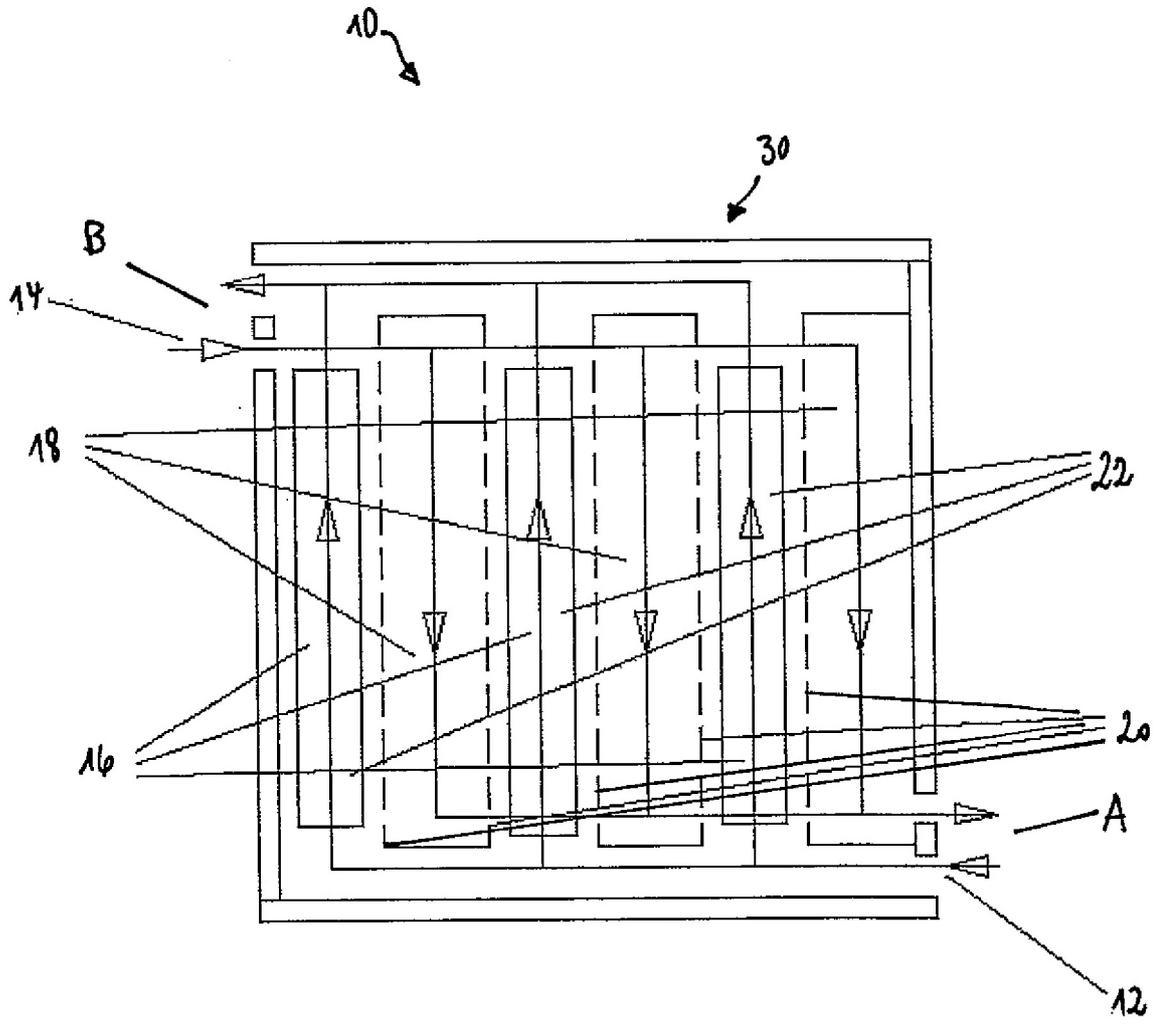
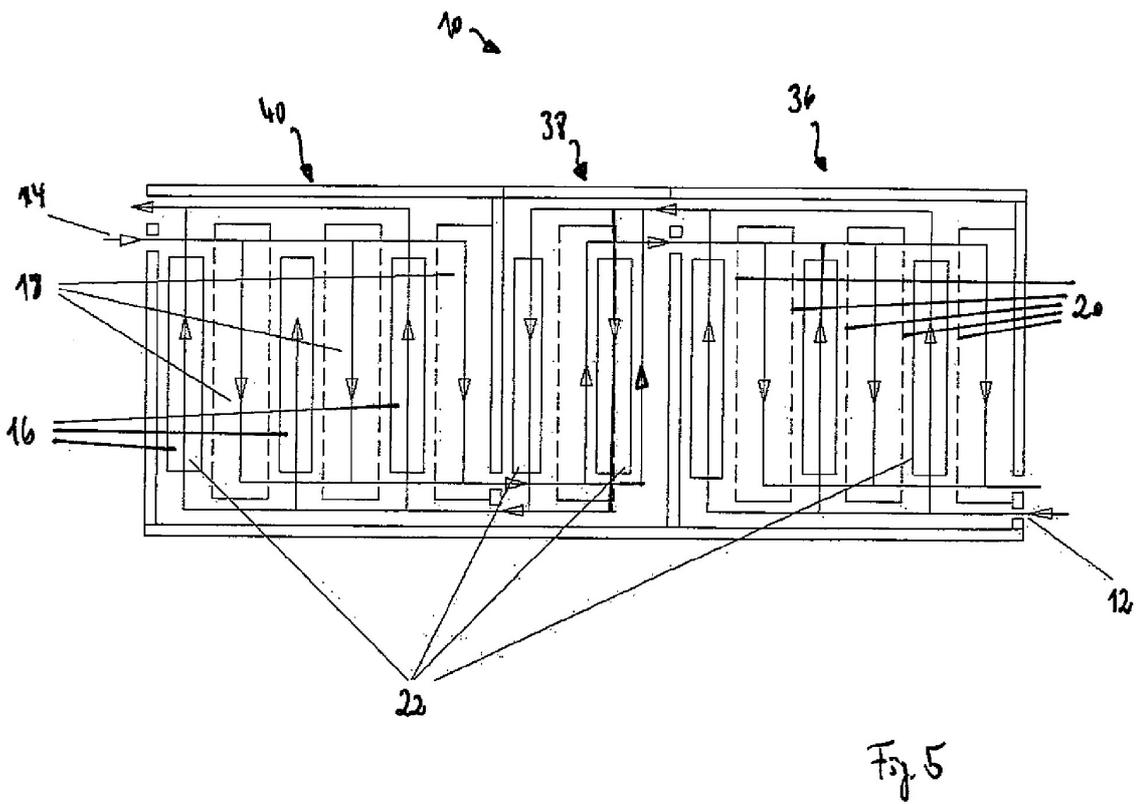
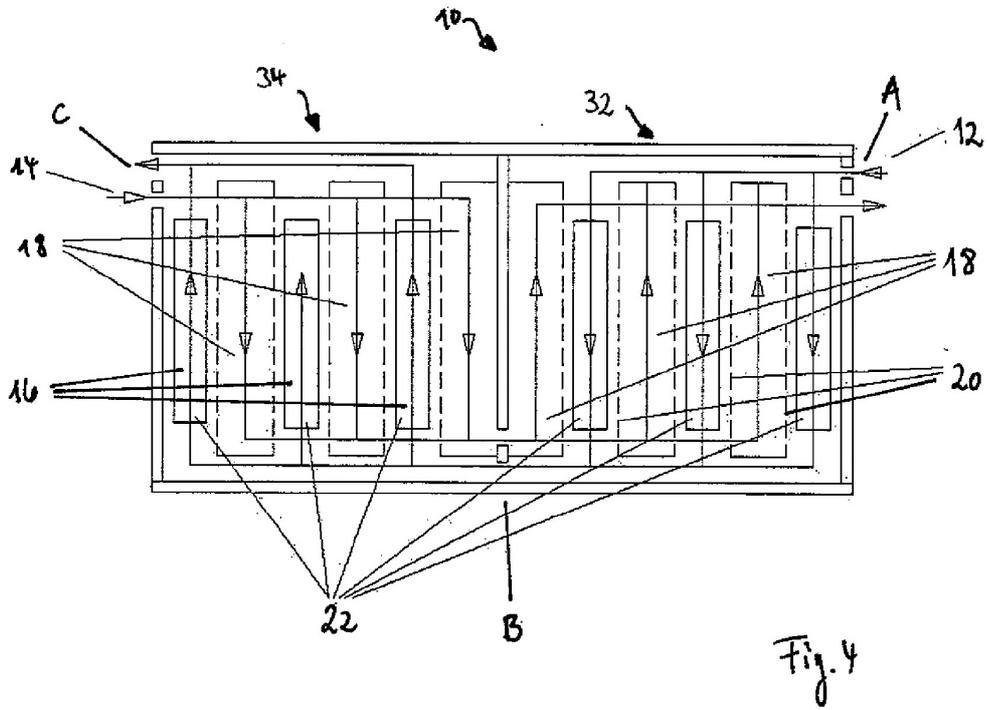


Fig. 3



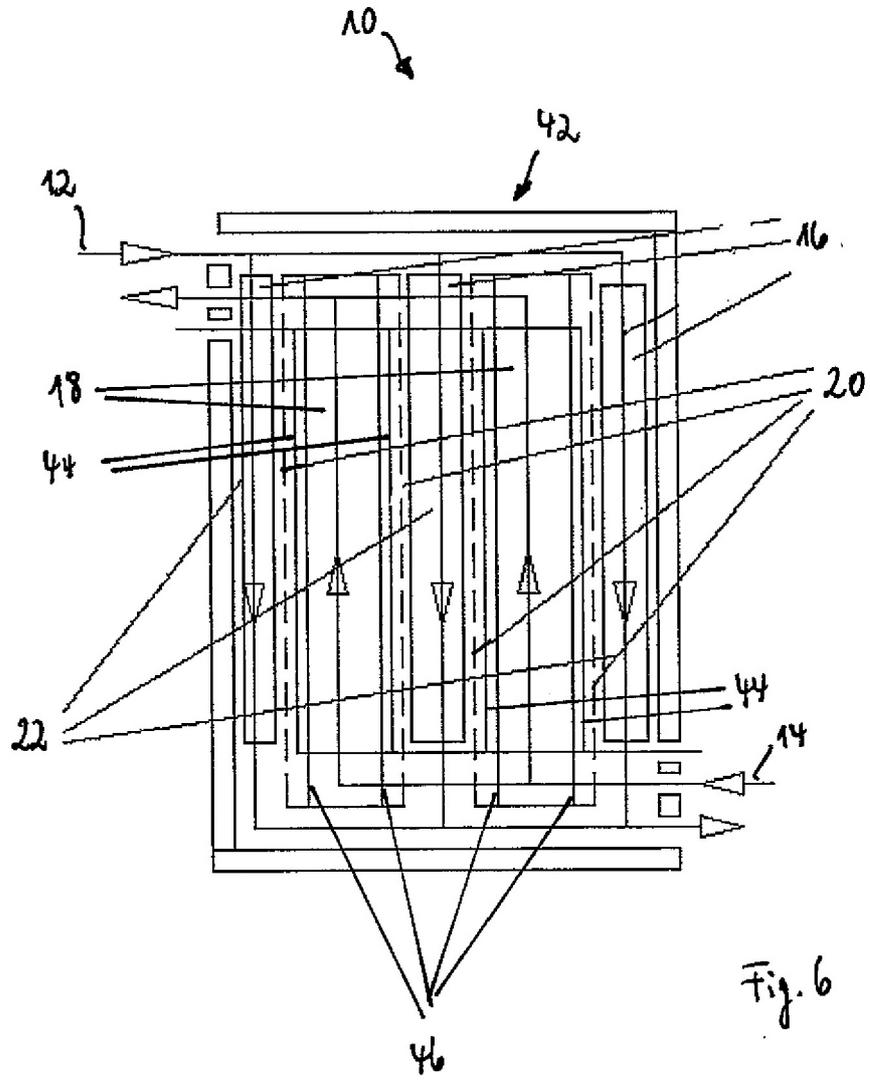


Fig. 6

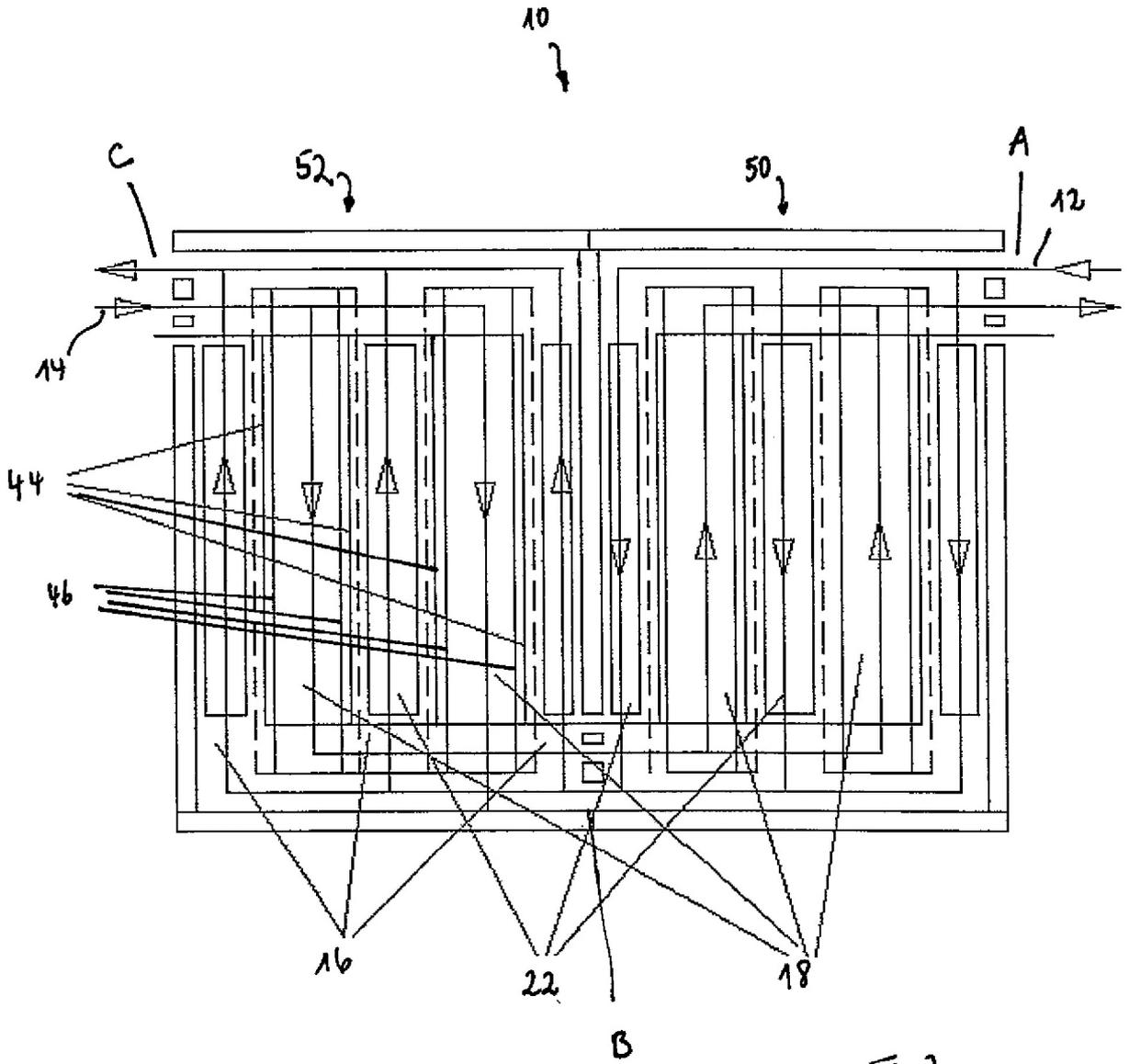


Fig. 7

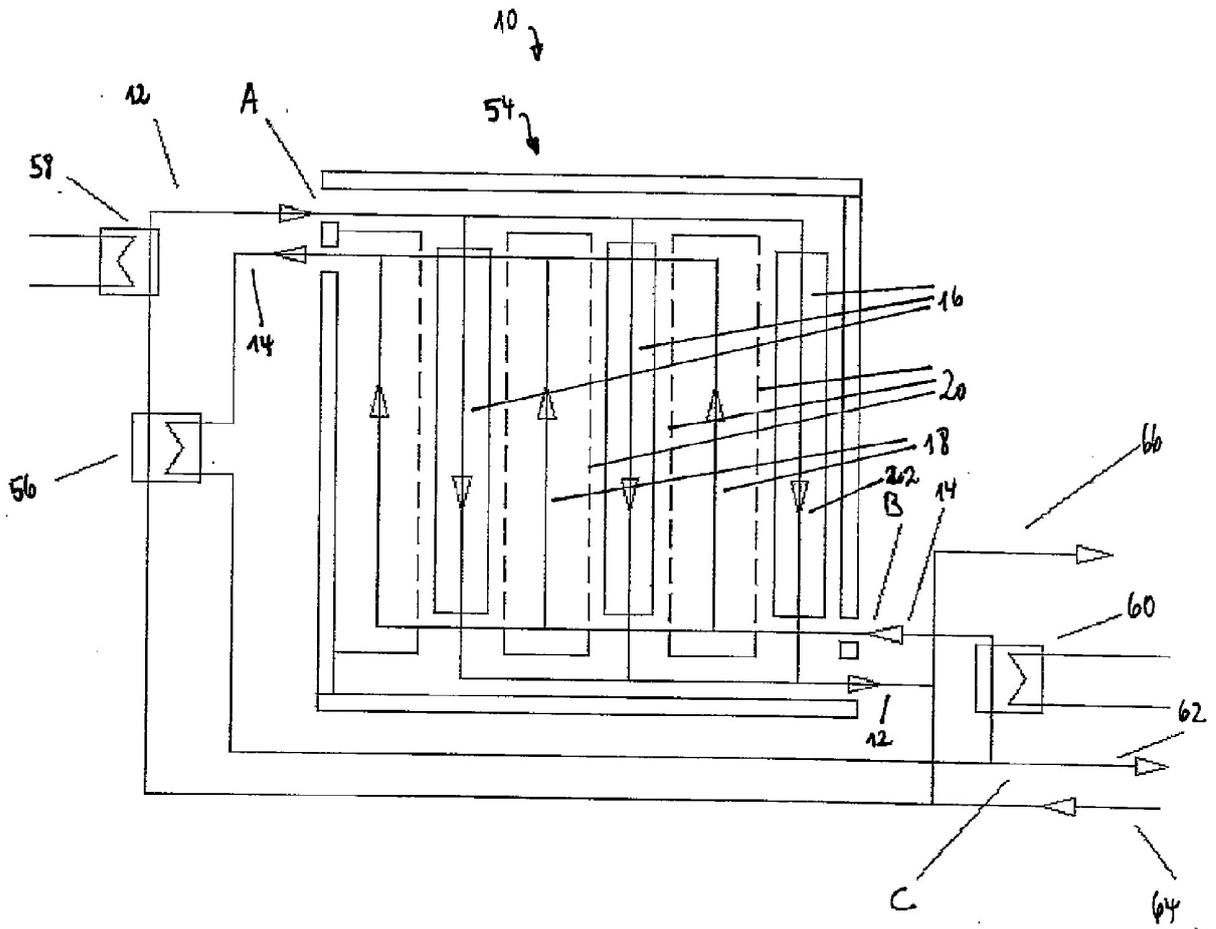


Fig. 8

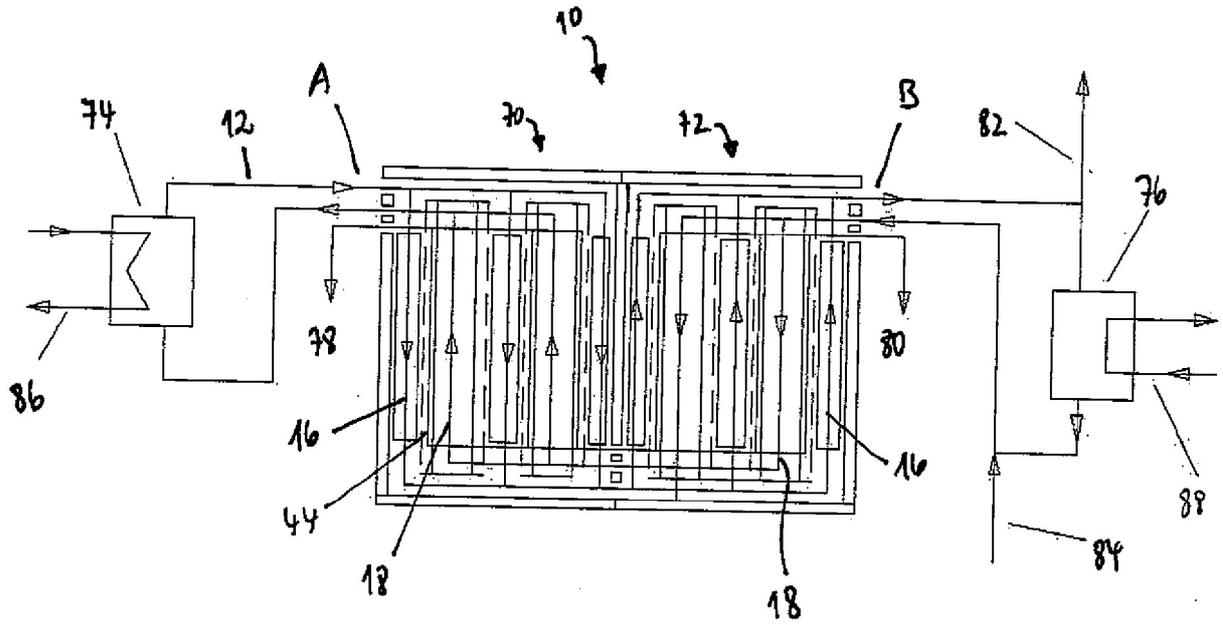


Fig. 9

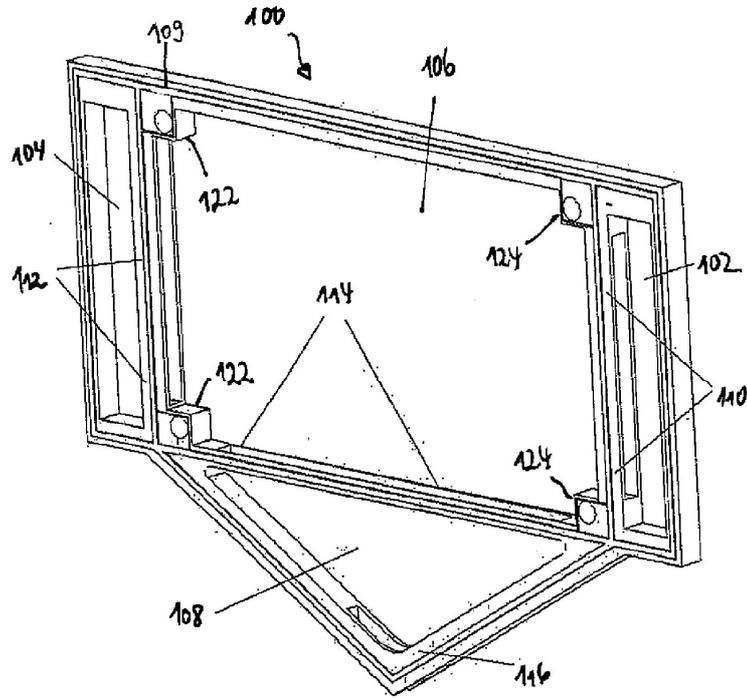


Fig. 10

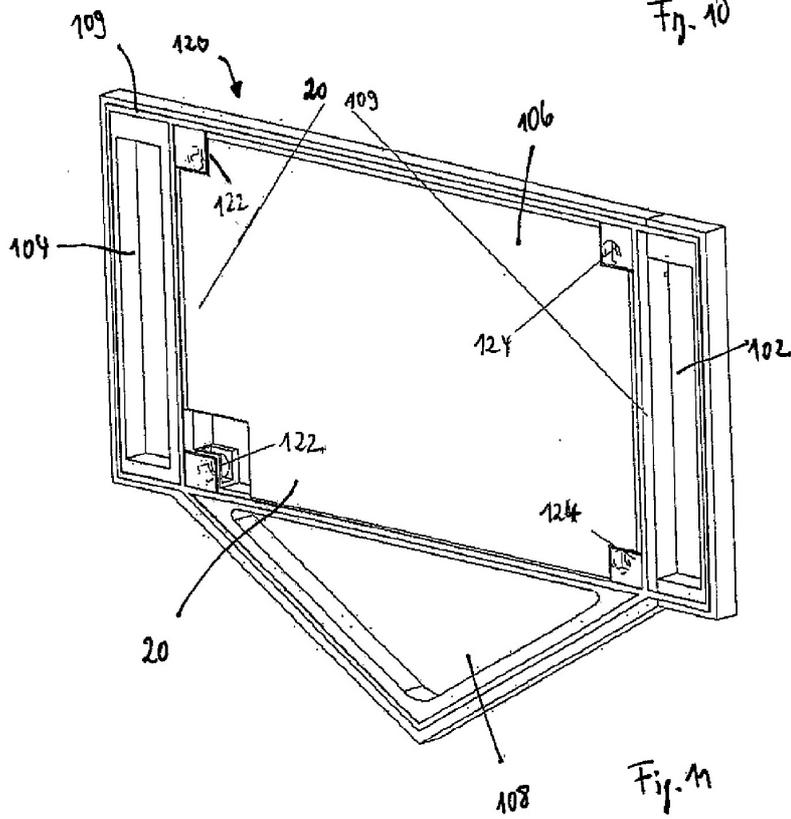


Fig. 11

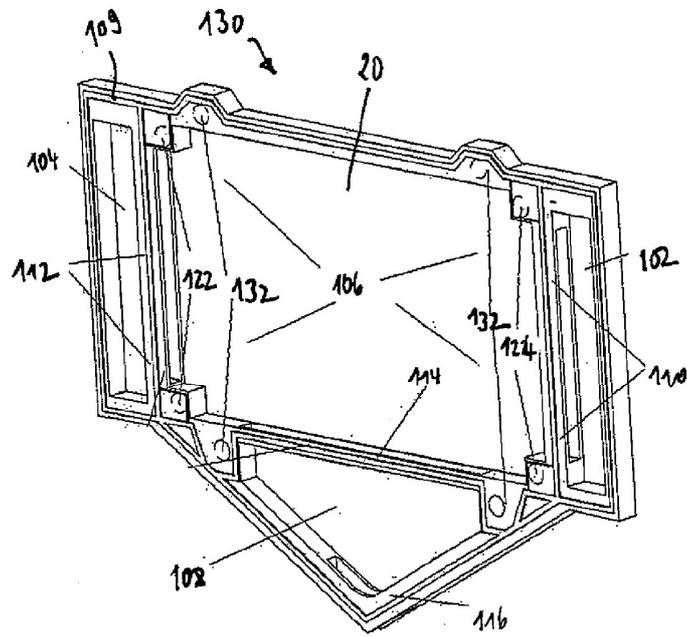


Fig. 12

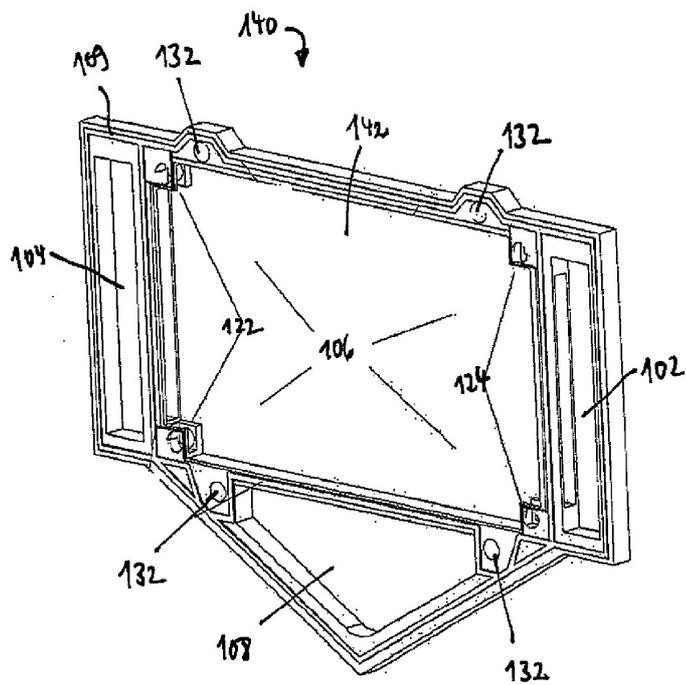


Fig. 13

