

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 667 050**

51 Int. Cl.:

**C02F 1/44** (2006.01)

**C02F 1/22** (2006.01)

**C02F 1/00** (2006.01)

**B01D 61/08** (2006.01)

**C02F 101/10** (2006.01)

**C02F 103/08** (2006.01)

**C02F 103/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.02.2013 PCT/EP2013/052847**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.02.2014 WO14023438**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.02.2013 E 13704590 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.01.2018 EP 2861536**

54 Título: **Aparato y procedimiento para la desalinización de agua así como uso del aparato**

30 Prioridad:

**08.08.2012 EP 12179663**

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

**09.05.2018**

73 Titular/es:

**SULZER CHEMTECH AG (100.0%)  
Sulzer-Allee 48  
8404 Winterthur, CH**

72 Inventor/es:

**DETTE, SEVERINE;  
AHMAD, MANSOUR M.M y  
STEPANSKI, MANFRED**

74 Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan**

ES 2 667 050 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Aparato y procedimiento para la desalinización de agua así como uso del aparato

**Antecedentes de la invención**

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la desalinización de solución salina. La presente invención también se refiere a un aparato para llevar a cabo este procedimiento y al uso de dicho procedimiento o aparato para la reducción del volumen de subproducto de solución salina concentrada de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa, o en un dispositivo o planta o procedimiento para producir agua desalinizada, para la producción de sal, para la coproducción de energía y agua desalinizada o para el acondicionamiento de aire.

10 En la presente solicitud, el término "solución salina" se refiere a cualquier solución acuosa que contiene al menos una sal disuelta, y el término "primera corriente de subproducto" se refiere a un subproducto de solución salina concentrada obtenido a partir de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa (RO). Otros ejemplos de soluciones salinas concentradas incluyen agua de mar, agua salobre o agua de minería. Se indica que la corriente de alimentación de solución salina y la primera corriente de subproducto de una planta de desalinización en membrana de RO, así como los otros ejemplos anteriores de soluciones salinas concentradas, contienen todos  
15 ellos al menos una sal inorgánica disuelta, normalmente NaCl.

Se requiere agua dulce para consumo de agua público y doméstico, en granjas para irrigación y ganado, y a nivel industrial para una variedad de procedimientos. En la presente solicitud, el término "agua dulce" se refiere de manera general a agua caracterizada por tener bajas concentraciones de sales disueltas y otros sólidos disueltos  
20 totales y específicamente excluye agua de mar y agua salobre. En una realización, "agua dulce" se refiere a agua que contiene menos de 3.000, preferiblemente menos de 1.000, lo más preferiblemente menos de 500 ppm de sales disueltas. El agua potable es un ejemplo de agua dulce. Debido a la falta de distribución uniforme de suministros de agua dulce, en muchas regiones es necesario obtener agua dulce mediante desalinización de una solución salina, por ejemplo del mar. En la presente solicitud, el término "primera corriente de agua de producto" se refiere al agua dulce obtenida mediante el procedimiento, aparato o uso de la invención.

25 La osmosis inversa (RO) es la tecnología más extendida para la desalinización de agua, y se dan a conocer un aparato y método de desalinización por osmosis inversa, por ejemplo, en los documentos US 4.115.274 o US 4.125.463. Es un procedimiento de separación en membrana en el que se recupera agua a partir de una solución salina presurizando la solución más allá de su presión osmótica y esencialmente usando la membrana para separar por filtración los iones de sal a partir de la solución a presión y permitir que sólo pase el agua. El consumo de  
30 energía principal en tecnología de RO resulta de la presurización de la solución salina. Puede obtenerse ventajosamente un consumo de energía relativamente bajo con tecnología de RO cuando las pérdidas de energía resultantes de la liberación de la presión de la solución salina concentrada se minimizan usando dispositivos para recuperar la energía de compresión mecánica a partir de la corriente de solución salina concentrada descargada (primera corriente de subproducto). La tecnología de RO es la tecnología comercial más extendida para la desalinización debido a sus cuestiones económicas favorables resultantes en gran medida de un consumo de  
35 energía relativamente favorable.

No obstante, la tecnología de RO tiene desventajas. Dado que la presión requerida para recuperar agua dulce adicional aumenta a medida que se concentra la corriente de solución salina o salmuera, la tasa de recuperación de agua de sistemas de RO tiende a ser baja. Entonces, una desventaja principal adicional relacionada es el coste y el  
40 impacto medioambiental de eliminar las corrientes de gran volumen de subproducto de solución salina concentrada (primeras corrientes de subproducto) de la planta de RO, particularmente para plantas de RO terrestres. Por ejemplo, con frecuencia el subproducto de solución salina se descarga al mar o a agua de superficie terrestre o se inyecta en pozos profundos. Tales prácticas no son respetuosas con el medio ambiente y, por tanto, ya no son aceptables. Por tanto, sería deseable tener un procedimiento y un aparato para aumentar el volumen de agua dulce recuperado, reduciendo el volumen de la primera corriente de subproducto (solución salina concentrada) de plantas  
45 de RO, y sin inducir daño adicional al medio ambiente.

Se conocen métodos de concentración de base térmica para reducir el volumen de primeras corrientes de subproducto de sistemas de RO, tales como el método de evaporación ultrarrápida dado a conocer en el documento  
50 US 4.083.781, el método de evaporación forzada dado a conocer en el documento US 4.434.057; y el método de evaporación por calor de combustión del documento US 5.695.643. Tales métodos de concentración de base térmica tienen la desventaja de requerir mucha energía y, por tanto, ser costosos. Además, son propensos a formación de escamas y sus problemas térmicos y mecánicos asociados. Alternativamente, pueden concentrarse primeras corrientes de subproducto mediante estanques solares que tienen bajos costes de energía, pero este método térmico requiere grandes cantidades de terreno y luz solar directa y presenta una baja productividad y un  
55 mantenimiento caro y que requiere mucho tiempo. Además, los métodos térmicos solares no son aplicables a todas las regiones y/o climas ya que la presencia de polvo puede bloquear la luz solar y/o el área de superficie para la evaporación, aumentando así el tiempo requerido para la evaporación. Además, el agua evaporada se pierde al entorno en el caso de un estanque, y entonces no está disponible como suministro de agua potable. Finalmente, compuestos tóxicos tales como compuestos a base de azufre pueden evaporarse y transferirse al entorno dando

como resultado problemas de EHS.

También se conocen métodos de electrodiálisis para tratar las primeras corrientes de subproducto de sistemas de RO. Por ejemplo, se conoce un sistema de RO y electrodiálisis integrado a partir del documento EP 2 070 583 A2, y el método del documento US 6.030.535 usa una combinación de una unidad de electrodiálisis y un evaporador para tratar la corriente de subproducto de solución salina concentrada de un sistema de RO. Sin embargo, los métodos de electrodiálisis presentan la desventaja de ser sensibles al ensuciamiento de membrana y formación de escamas, y también requieren grandes cantidades de corriente directa y sus campos eléctricos sólo pueden eliminar componentes iónicos. En conclusión, sería deseable tener un procedimiento y aparato para reducir el volumen de corrientes de subproducto de solución salina concentrada de sistemas de RO que tengan requisitos energéticos reducidos sin requerir grandes infraestructuras y sin ser propensos a ensuciamiento de membrana y que tengan una propensión reducida a la formación de escamas.

Madani *et al.* dan a conocer en *Desalination*, volumen 75, páginas 241 a 258, un sistema combinado de osmosis inversa y congelación por contacto directo, en el que agua que se ha tratado con osmosis inversa se trata en una congelación por contacto directo para reducir la salmuera rechazada terrestre.

## 15 Sumario de la invención

Partiendo de este estado de la técnica, un objeto de la invención es proporcionar un procedimiento para reducir el volumen de primeras corrientes de subproducto de plantas de RO. Objetos adicionales de la invención incluyen proporcionar un aparato adecuado para su uso en dicho procedimiento y el uso de dicho procedimiento o aparato para la reducción del volumen de la primera corriente de subproducto de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa, o en un dispositivo o planta o procedimiento para producir agua desalinizada, para la producción de sal, para la coproducción de energía y agua desalinizada o para el acondicionamiento de aire.

Según la invención, estos objetos se logran mediante un procedimiento para desalinizar agua, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de: (i) hacer pasar una corriente de alimentación de solución salina en una primera etapa de desalinización a través de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa que comprende al menos una unidad de desalinización por osmosis inversa para formar una primera corriente de agua de producto que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la corriente de alimentación de solución salina y una primera corriente de subproducto que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la corriente de alimentación de solución salina, en el que (ii) la primera corriente de subproducto se hace pasar en una segunda etapa de desalinización a través de una unidad de cristalización en suspensión para formar una segunda corriente de agua de producto que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la primera corriente de subproducto y una segunda corriente de subproducto que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la primera corriente de subproducto, en el que la segunda corriente de subproducto se hace pasar en una tercera etapa de desalinización a través de o bien una unidad de cristalización estática o bien la misma o una segunda unidad de cristalización en suspensión para formar una tercera corriente de agua de producto que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la segunda corriente de subproducto y una tercera corriente de subproducto que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la segunda corriente de subproducto.

Según la invención, estos objetos adicionales se logran en primer lugar mediante un aparato que comprende: una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa (RO) que comprende al menos una unidad de desalinización por osmosis inversa que tiene una entrada para una corriente de alimentación de solución salina, una salida para una primera corriente de agua de producto, una salida para una primera corriente de subproducto, en el que la salida para la primera corriente de subproducto está en conexión de fluido con una entrada de una unidad de cristalización en suspensión que tiene una salida para una segunda corriente de agua de producto, y una salida para una segunda corriente de subproducto, y que comprende adicionalmente una unidad de cristalización estática o una segunda unidad de cristalización en suspensión que tiene una entrada en comunicación de fluido con la salida de la unidad de cristalización en suspensión y una salida para una tercera corriente de agua de producto y una salida para una tercera corriente de subproducto. Dicho aparato se usa según la invención para la reducción del volumen de la primera corriente de subproducto de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa, preferiblemente una planta de desalinización terrestre, o en un dispositivo o planta o procedimiento para producir agua desalinizada, para la producción de sal, para la coproducción de energía y agua desalinizada o para el acondicionamiento de aire.

La presente invención logra estos objetos y proporciona una solución a este problema por medio de hacer pasar la primera corriente de subproducto en una segunda etapa de desalinización a través de una unidad de cristalización en suspensión para formar una segunda corriente de agua de producto que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la primera corriente de subproducto y una segunda corriente de subproducto que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la primera corriente de subproducto. Como resultado, la primera corriente de subproducto de una planta de desalinización en membrana de RO que tiene una concentración en sal relativamente alta se concentra fácilmente de manera adicional mediante la cristalización en suspensión para proporcionar un volumen reducido de solución de alta salinidad (salmuera concentrada de desecho) como segunda corriente de subproducto y una segunda corriente de agua de producto que tiene una concentración en sal reducida y, por tanto, adecuada para su recirculación u otras aplicaciones. Por tanto, el volumen de desecho global se reduce

significativamente.

Además, la segunda corriente de agua de producto puede ser ventajosamente de calidad de agua potable para aumentar la productividad del procedimiento. Alternativamente, la segunda corriente de agua de producto puede alimentarse ventajosamente a la corriente de alimentación de solución salina a la planta de desalinización en membrana de RO con el fin de reducir su dureza y, por tanto, el riesgo de formación de escamas.

La concentración adicional de la primera corriente de subproducto a partir de la planta de desalinización en membrana de RO mediante el método de la presente invención permite la reducción fácil del volumen de corrientes de desecho altamente salinas y la mejora de la productividad del procedimiento de desalinización global. Por ejemplo, el uso de la presente invención permite una reducción del volumen de las corrientes altamente salinas (desecho) en más del 80% y después el pequeño volumen restante de desecho de solución salina altamente concentrada (corrientes de subproducto segunda o tercera) puede tratarse fácilmente mediante medios convencionales tales como evaporación.

Entonces se lograron sorprendentemente estos resultados sin necesidad de altos consumos de energía o grandes infraestructuras y con riesgos reducidos de formación de escamas.

En realizaciones particularmente preferidas del procedimiento y el aparato de la invención, la unidad de cristalización en suspensión es una unidad de cristalización a contracorriente en múltiples etapas, por ejemplo, tal como se da a conocer en el documento US 6.719.954 B2.

Tal como se expuso anteriormente, según la presente invención el procedimiento comprende la etapa adicional en la que la segunda corriente de subproducto de la unidad de cristalización en suspensión se hace pasar en una tercera etapa de desalinización o bien a través de una unidad de cristalización estática o bien a través de la misma o una segunda unidad de cristalización en suspensión para formar una tercera corriente de agua de producto que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la segunda corriente de subproducto y una tercera corriente de subproducto que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la segunda corriente de subproducto. Esta etapa adicional reduce adicionalmente el volumen de la primera corriente de subproducto y aumenta la productividad del procedimiento, y la tercera corriente de agua de producto puede recircularse ventajosamente alimentándola o bien al interior de la primera corriente de subproducto en una realización particularmente preferida o bien al interior de la planta de desalinización en membrana de RO con el fin de reducir los costes de funcionamiento.

Asimismo, según la presente invención el aparato comprende adicionalmente una unidad de cristalización estática o segunda unidad de cristalización en suspensión que tiene una entrada en comunicación de fluido con la salida para una segunda corriente de subproducto de la unidad de cristalización en suspensión y salidas para una tercera corriente de agua de producto y una tercera corriente de subproducto, con el fin de lograr los beneficios anteriormente comentados de la realización de procedimiento asociada. De manera similar la salida para una tercera corriente de agua de producto puede estar ventajosamente en comunicación de fluido con la primera corriente de subproducto.

Según una realización preferida del procedimiento, la concentración en sal de la primera corriente de subproducto es de entre el 3 y el 7% en peso, preferiblemente entre el 3,5 y el 7, más preferiblemente entre el 5 y el 7, lo más preferiblemente entre el 6 y el 7. Alimentar la unidad de cristalización en suspensión con una corriente que tiene tales concentraciones en sal garantiza que la unidad produce una segunda corriente de agua de producto de calidad suficientemente buena, es decir para usarse como agua potable o para aplicaciones industriales tales como enfriamiento, mientras que se minimiza simultáneamente el volumen relativo de la segunda corriente de subproducto (desecho de solución salina concentrada).

En aún otra realización preferida del procedimiento, la primera corriente de subproducto se cristaliza en la unidad de cristalización en suspensión a una temperatura de entre -1 y -4°C, preferiblemente de -1,5 a -4, más preferiblemente de -2 a -4, lo más preferiblemente de -3 a -4. En todavía aún otra realización preferida del procedimiento que tiene una tercera etapa de desalinización, la segunda corriente de subproducto se cristaliza a una temperatura de entre -4 y -13, preferiblemente de -6 a -10, lo más preferiblemente de -7,5 a -8,5. Reducir la temperatura de cristalización aumenta el volumen relativo de la segunda o tercera corriente de agua de producto. Por otro lado, una temperatura demasiado baja pasa a ser contraproducente en cuanto a que la calidad de la segunda corriente de agua de producto se deteriora a medida que disminuye el rendimiento de separación de la unidad de cristalización en suspensión. No obstante, se ha encontrado que la calidad de la segunda corriente de agua de producto sigue siendo suficientemente buena como para ser de calidad de agua potable o recircularse como una corriente de alimentación de solución salina a una planta de desalinización en membrana de RO, o la tercera corriente de agua de producto todavía puede ser de calidad suficiente como para alimentarse de vuelta al interior de la primera corriente de subproducto y, por tanto, desalinizarse en la unidad de cristalización en suspensión. Sin embargo, a temperaturas inferiores existe un mayor riesgo de formar cristales de sal y precipitados de carbonato y sulfato. Por tanto, se ha encontrado sorprendentemente que los intervalos de temperatura anteriormente mencionados ofrecen el mejor compromiso entre estos diversos factores en competencia en proporcionar las temperaturas de funcionamiento preferidas.

En todavía aún otra realización preferida del procedimiento, la primera corriente de subproducto se hace pasar a través de un intercambiador de calor reduciendo así su temperatura antes de pasar a través de la unidad de cristalización en suspensión. Reducir la temperatura de la corriente antes de entrar en la unidad reduce el tiempo y la transferencia de calor requeridos en la unidad antes de que pueda empezar el procedimiento de cristalización.

- 5 Asimismo otra realización preferida del aparato comprende adicionalmente un intercambiador de calor que tiene una entrada y una salida, en el que la entrada del intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la salida para la primera corriente de subproducto y la salida del intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la entrada de la unidad de cristalización en suspensión.

- 10 En todavía una realización adicional preferida del procedimiento, la temperatura de la primera corriente de subproducto se reduce antes de entrar en la unidad de cristalización en suspensión, preferiblemente hasta una temperatura de entre 2 y 20°C, más preferiblemente de 2 a 10, lo más preferiblemente de 2 a 5. Se ha encontrado sorprendentemente que la reducción de la temperatura hasta estos intervalos proporciona el beneficio óptimo en el aumento de la productividad y la reducción del tiempo de procesamiento.

- 15 En aún otra realización preferida del procedimiento, la concentración en sal de la segunda corriente de subproducto es de entre el 8 y el 18% en peso, preferiblemente entre el 10 y el 15, más preferiblemente entre el 12 y el 13. Mantener una concentración en sal en estos intervalos permite que el procedimiento funcione con un nivel óptimo de recuperación de agua.

- 20 En una realización preferida del procedimiento que tiene una tercera etapa de desalinización en la misma o una segunda unidad de cristalización, la segunda corriente de subproducto se hace pasar a través de un segundo intercambiador de calor reduciendo así su temperatura antes de pasar a través de la misma o segunda unidad de cristalización en suspensión para mejorar la productividad y reducir el tiempo de procesamiento. En otra realización preferida del procedimiento que tiene una tercera etapa de desalinización, la temperatura de la segunda corriente de subproducto se reduce antes de entrar en la misma o segunda unidad de cristalización en suspensión, preferiblemente hasta una temperatura de entre 2 y 20°C, más preferiblemente de 2 a 10, lo más preferiblemente de 2 a 5. De manera similar, en aún otra realización preferida del procedimiento que tiene una tercera etapa de desalinización, la segunda corriente de subproducto se cristaliza a una temperatura de entre -4 y -13°C, preferiblemente de -6 a -10, más preferiblemente de -7,5 a -8,5. Estos intervalos de temperatura para la reducción de temperatura de la corriente y su posterior cristalización hacen posible obtener el máximo beneficio en la mejora de la productividad y el tiempo de procesamiento.

- 30 Asimismo en una realización preferida del aparato que tiene una segunda unidad de cristalización en suspensión comprende un segundo intercambiador de calor instalado en línea entre la salida para la segunda corriente de subproducto de la unidad de cristalización en suspensión y la entrada de la segunda unidad de cristalización en suspensión y que tiene una entrada y una salida, en el que la entrada del segundo intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la salida de la unidad de cristalización en suspensión y la salida del segundo intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la entrada de la segunda unidad de cristalización en suspensión con el fin de lograr los beneficios anteriormente comentados de las realizaciones de procedimiento asociadas.

- 40 Un experto en la técnica entenderá que es posible la combinación de los contenidos de las diversas reivindicaciones y realizaciones de la invención sin limitación en la invención en la medida en que tales combinaciones son técnicamente viables. En esta combinación, puede combinarse el contenido de cualquier reivindicación con el contenido de una o más de las otras reivindicaciones. En esta combinación de contenidos, puede combinarse el contenido de cualquier reivindicación de método con el contenido de una o más de otras reivindicaciones de método o el contenido de una o más reivindicaciones de aparato o el contenido de una mezcla de una o más reivindicaciones de método y reivindicaciones de aparato. Por analogía, puede combinarse el contenido de cualquier reivindicación de aparato con el contenido de una o más de otras reivindicaciones de aparato o el contenido de una o más reivindicaciones de método o el contenido de una mezcla de una o más reivindicaciones de método y reivindicaciones de aparato. A modo de ejemplo, puede combinarse el contenido de la reivindicación 1 con el contenido de una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 14. En una realización, el contenido de la reivindicación 10 se combina con el contenido de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9. En una realización específica, el contenido de la reivindicación 10 se combina con el contenido de la reivindicación 1. En otra realización específica, el contenido de la reivindicación 2 se combina con el contenido de la reivindicación 10. A modo de otro ejemplo, el contenido de la reivindicación 1 también puede combinarse con el contenido de dos cualesquiera de las reivindicaciones 2 a 14. En otra realización específica, el contenido de la reivindicación 10 se combina con los contenidos de las reivindicaciones 1 y 3. A modo de ejemplo, el contenido de la reivindicación 1 puede combinarse con el contenido de tres cualesquiera de las reivindicaciones 2 a 14. En otra realización específica, el contenido de la reivindicación 10 se combina con los contenidos de las reivindicaciones 1, 2 y 4. En aún otra realización específica, el contenido de la reivindicación 1 se combina con los contenidos de las reivindicaciones 2 a 9. En aún otra realización específica, el contenido de la reivindicación 10 se combina con los contenidos de las reivindicaciones 11 a 14. A modo de ejemplo, el contenido de cualquier reivindicación puede combinarse con los contenidos de cualquier número de las otras reivindicaciones sin limitación en la medida en que tales combinaciones son técnicamente viables.

Un experto en la técnica entenderá que es posible la combinación de los contenidos de las diversas realizaciones de la invención sin limitación en la invención. Por ejemplo, el contenido de una de las realizaciones preferidas anteriormente mencionadas puede combinarse con el contenido de una o más de las otras realizaciones preferidas anteriormente mencionadas sin limitación. A modo de ejemplo, según una realización particularmente preferida del procedimiento, la concentración en sal de la primera corriente de subproducto es de entre el 3 y el 7% en peso, preferiblemente entre el 3,5 y el 7, más preferiblemente entre el 5 y el 7, lo más preferiblemente entre el 6 y el 7 y la concentración en sal de la segunda corriente de subproducto es de entre el 8 y el 18% en peso, preferiblemente entre el 10 y el 15, más preferiblemente entre el 12 y el 13. A modo de otro ejemplo, según otra realización particularmente preferida, el procedimiento comprende las etapas adicionales en las que la segunda corriente de subproducto se hace pasar en una tercera etapa de desalinización a través de una segunda unidad de cristalización en suspensión y las corrientes de subproducto tanto primera como segunda se hacen pasar a través de intercambiadores de calor antes de su paso a través de las unidades de cristalización en suspensión. A modo de aún otro ejemplo, según otra realización particularmente preferida, el aparato comprende una segunda unidad de cristalización en suspensión y un intercambiador de calor instalado en línea entre la salida de la unidad de cristalización en suspensión para la segunda corriente de subproducto y la entrada de la segunda unidad de cristalización en suspensión y que tiene una entrada y una salida, en el que la entrada del intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la salida de la unidad de cristalización en suspensión y la salida del intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la entrada de la segunda unidad de cristalización en suspensión, y en el que la salida de la segunda unidad de cristalización en suspensión para una tercera corriente de agua de producto está en comunicación de fluido con la primera corriente de subproducto.

### Breve descripción de los dibujos

La invención se explicará en más detalle a continuación en el presente documento con referencia a diversas realizaciones de la invención así como a los dibujos. Se usa un apóstrofo (') tras un número de referencia para indicar las características de la técnica anterior. Los dibujos esquemáticos muestran:

La figura 1 muestra una vista esquemática de una realización del procedimiento para desalinizar agua que tiene una primera y una segunda etapa de desalinización.

La figura 2 muestra una vista esquemática de una realización preferida de un procedimiento para desalinizar agua según la invención, en el que una tercera etapa de desalinización tiene lugar en una unidad de cristalización estática.

La figura 3 muestra una vista esquemática de una realización preferida de un procedimiento para desalinizar agua según la invención, en el que una tercera etapa de desalinización tiene lugar en una segunda unidad de cristalización en suspensión.

La figura 4 muestra una vista esquemática de una realización de un aparato para llevar a cabo un procedimiento para desalinizar que tiene una primera y una segunda etapa de desalinización.

La figura 5 muestra una vista esquemática de una realización preferida de un aparato para llevar a cabo un procedimiento para desalinizar agua según la invención, en el que una tercera etapa de desalinización tiene lugar en una unidad de cristalización estática.

La figura 6 muestra una vista esquemática de una realización preferida de un aparato para llevar a cabo un procedimiento para desalinizar agua según la invención, en el que una tercera etapa de desalinización tiene lugar en una unidad de cristalización estática.

La figura 7 muestra un diagrama de flujo de procedimiento (PFD) de una realización de una unidad de cristalización en suspensión típica.

La figura 8 muestra un diagrama de flujo de procedimiento (PFD) de una realización de un aparato de cristalización a contracorriente en múltiples etapas.

La figura 9 muestra la recuperación de agua frente a la temperatura de residuo obtenida en ejemplos según la invención para tres concentraciones en sal diferentes de la primera corriente de subproducto.

### Descripción detallada de la invención

La figura 1 muestra una vista esquemática de un procedimiento que se marca en su conjunto con el número de referencia 100. El procedimiento 100 comprende una primera etapa de desalinización, que se marca como 110'; y una segunda etapa de desalinización, que se marca como 120. En la primera etapa de desalinización 110', una corriente de alimentación de solución salina 2' se hace pasar a través de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa 3', en la que la planta 3' comprende al menos una unidad de desalinización por osmosis inversa 4', para formar una primera corriente de agua de producto 5' que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la corriente de alimentación de solución salina 2' y una primera corriente de subproducto 6' que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la corriente de alimentación de solución salina 2'. En

la segunda etapa de desalinización 120 la primera corriente de subproducto 6' se hace pasar a través de una unidad de cristalización en suspensión 7 para formar una segunda corriente de agua de producto 8 que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la primera corriente de subproducto 6' y una segunda corriente de subproducto 9 que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la primera corriente de subproducto 6'. Tal como se muestra en la figura 1, así como en las figuras 2-6, la primera corriente de subproducto 6' procedente de la unidad de desalinización por osmosis inversa 4' se alimenta directamente a la unidad de cristalización de película descendente 7 sin pasar a través de ningún dispositivo evaporador o concentrador intermedio, tal como una unidad de compresión mecánica de vapor o un evaporador impulsado por vapor o térmico. Por tanto, la concentración en sal de la primera corriente de subproducto 6' permanece relativamente inalterada tras salir de la unidad de desalinización por osmosis inversa 4' hasta que se alimenta directamente a la unidad de cristalización de película descendente 7, tal como se muestra en estas figuras. La ausencia de tales dispositivos evaporadores o concentradores intermedios tiene beneficios en minimizar la complejidad, costes de inversión y mantenimiento, y espacio ocupado del aparato y procedimiento para desalinizar agua.

En la memoria descriptiva y las reivindicaciones de esta solicitud, la concentración en sal de solución salina se expresa como % en peso (peso de sal/peso de solución salina x 100%). Hay varios métodos bien conocidos en la técnica para medir las concentraciones en sal de agua e incluyen sólidos disueltos totales (TDS) habitualmente junto con un balance de materia de sal, determinación gravimétrica del peso que queda tras la evaporación del agua, determinación del punto de fusión (o punto de congelación), refractometría óptica, espectrofotometría UV/Vis para detectar los componentes principales de componentes iónicos en disolución (por ejemplo, usando un espectrómetro HACH LANGE DR 5000 UV-Vis), análisis químico completo teniendo en cuenta el balance de carga para iones, y mediciones de la conductividad eléctrica.

Las mediciones de la conductividad eléctrica se basan en la medición de la cantidad de corriente eléctrica que pasa a través de una longitud de un centímetro de columna de agua de unidad de área en sección transversal. Agua que contiene una mayor cantidad de sales disueltas tiene una mayor conductividad. Tal como se usa en el presente documento, la concentración en sal en % en peso se obtiene dividiendo la concentración en sal en partes por millón entre 10000. La concentración en sal (C) en unidades de partes por millón (ppm) tal como se usa en el presente documento se determina mediante una medición de la conductividad eléctrica, en la que la conductividad eléctrica (U) se expresa en unidades de mili-siemens por cm (mS/cm). La relación entre C en ppm y U en mS/cm se proporciona por la siguiente ecuación:

$$C = ((0,0154009*(U^3))-(2,67657*(U^2))+(922,071*(U))-(744,133))$$

La figura 2 muestra una vista esquemática de una realización preferida de la invención que es un procedimiento que comprende una primera etapa de desalinización 110', una segunda etapa de desalinización 120 y una tercera etapa de desalinización, que tiene lugar en una unidad de cristalización estática 10, que se marca como 130. En la tercera etapa de desalinización 130, se forman una tercera corriente de agua de producto 12 que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la segunda corriente de subproducto 9 y una tercera corriente de subproducto 13 que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la segunda corriente de subproducto 9. Tal como se comentó anteriormente, esta etapa adicional reduce de manera beneficiosa el volumen de la solución salina concentrada descargada y aumenta la productividad, y la tercera corriente de agua de producto 12 puede recircularse ventajosamente en una realización alimentándola al interior de la primera corriente de subproducto 6'.

La figura 3 muestra una vista esquemática de otra realización preferida de la invención que es un procedimiento que comprende una primera etapa de desalinización 110', una segunda etapa de desalinización 120 y una tercera etapa de desalinización, que tiene lugar en la misma 7 o una segunda unidad de cristalización en suspensión 11, que se marca como 135. En la tercera etapa de desalinización 135, se forman una tercera corriente de agua de producto 12 que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la segunda corriente de subproducto 9 y una tercera corriente de subproducto 13 que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la segunda corriente de subproducto 9. Esta realización preferida tiene ventajas similares a las de la mostrada en la figura 2, y la tercera corriente de agua de producto 12 puede recircularse ventajosamente en una realización alimentándola al interior de la primera corriente de subproducto 6'.

La primera etapa de desalinización 110' y su corriente de alimentación de solución salina 2', la planta de desalinización en membrana de osmosis inversa 3', la unidad de desalinización por osmosis inversa 4', la primera corriente de agua de producto 5' y la primera corriente de subproducto 6' son todas ellas convencionales y se conocen bien en la técnica, por ejemplo, tal como se da a conocer en el documento US 4.125.463.

Condiciones de procedimiento preferidas para la segunda etapa de desalinización 120 son las mismas para el procedimiento de la invención tal como se muestra en la figura 1 y sus realizaciones preferidas mostradas en la figura 2 y la figura 3 a menos que se indique específicamente lo contrario. Las unidades de cristalización en suspensión 7 y su funcionamiento se conocen bien en la técnica, por ejemplo, tal como se da a conocer en el documento 6.241.954 B1. A menos que se indique lo contrario, pueden usarse unidades de cristalización en suspensión 7 convencionales y hacerse funcionar tal como se conoce en la técnica para la segunda etapa de desalinización 120 y la tercera etapa de desalinización 130.

Las unidades de cristalización estática 10 y su funcionamiento se conocen bien en la técnica, por ejemplo, tal como se da a conocer en Sulzer Technical Review 2/99 págs. 8-11, Sulzer Technical Review 1/2006 págs. 4-6 o el documento US 6.145.340. A menos que se indique lo contrario, puede usarse una unidad de cristalización estática 10 convencional y hacerse funcionar tal como se conoce en la técnica para la tercera etapa de desalinización 130.

- 5 Una realización particularmente preferida de una unidad de cristalización en suspensión 7 para su uso tanto en el procedimiento como en el aparato de la invención es una unidad de cristalización a contracorriente en múltiples etapas 71, por ejemplo, tal como se da a conocer en el documento US 6.719.954 B2. En una unidad 71 de este tipo, una etapa de cristalización en suspensión adicional tiene lugar dentro de la misma unidad 71. La unidad 71 tiene varias ventajas ya que permite llevar a cabo la cristalización en suspensión en varias etapas de concentración dentro de la misma unidad. Por tanto, el uso de una unidad de cristalización en múltiples etapas 71 es más económico que el uso de dos o más etapas individuales en uno o más cristalizadores en una única etapa.

- 10 En principio, la tecnología de desalinización por congelación tiene muchas ventajas con respecto a otros procedimientos de desalinización convencionales para tratar soluciones salinas altamente concentradas, especialmente su menor requisito energético y formación de escamas reducida, incrustaciones y problemas de corrosión. Debido a las bajas temperaturas de funcionamiento de la tecnología de desalinización por congelación, no se requieren materiales de construcción especiales (por ejemplo, resistentes a la corrosión).

- 15 Las diversas corrientes de producto y de subproducto procedentes de las unidades de cristalización pueden controlarse convenientemente por medio del balance de materia en recipientes de recogida conectados directamente a la unidad de cristalización. Los requisitos de calentamiento y enfriamiento de las unidades de cristalización varían en función del tiempo, y pueden usarse ventajosamente sistemas de almacenamiento intermedio de energía con el fin de minimizar las fluctuaciones en las demandas de vapor y refrigeración. En el caso de una operación discontinua, pueden almacenarse corrientes en recipientes de almacenamiento intermedio antes de su paso a través de una unidad de cristalización específica. Las unidades de cristalización pueden controlarse convenientemente mediante un sistema informático usando instrumentos de medición de nivel y temperatura, así como válvulas de apertura/cierre o de control.

Se da a conocer información adicional sobre cristalizadores y su funcionamiento en el Handbook of Industrial Crystallization, 2ª edición, de Allan S. Myerson, publicado el 9 de enero de 2002 por Butterworth-Heinemann, Woburn, MA ISBN: 978-0750670128 y Crystallization Technology Handbook, 2ª edición, editado por A. Mersmann, publicado en el 2001 por Marcel Dekker, Basilea, ISBN: 0-8247-0528-9.

- 20 En una realización, la concentración en sal de la primera corriente de subproducto 6' es de entre el 3 y el 7% en peso, preferiblemente entre el 3,5 y el 7, más preferiblemente entre el 5 y el 7, lo más preferiblemente entre el 6 y el 7. Tal como se comentó anteriormente, alimentar la unidad de cristalización en suspensión 7 con una corriente 6' que tiene tales concentraciones en sal garantiza que la unidad 7 produce una segunda corriente de agua de producto 8 de calidad suficientemente buena, mientras que simultáneamente se minimiza el volumen de la primera corriente de subproducto 6' y cualquier solución salina concentrada descargada.

En otra realización, la primera corriente de subproducto 6' se cristaliza en la unidad de cristalización en suspensión 7 a una temperatura de entre -1 y -4°C, preferiblemente de -1,5 a -4, más preferiblemente de -2 a -4, lo más preferiblemente de -3 a -4. Tal como se comentó anteriormente, tales intervalos de temperatura ofrecen un procedimiento óptimo en cuanto a la calidad y el volumen de la segunda corriente de agua de producto 8.

- 25 La temperatura de la cristalización en una unidad de cristalización específica tal como se menciona en la memoria descriptiva y la aplicación de esta solicitud se expresa en grados centígrados (°C) y se mide midiendo el punto de fusión de la corriente de agua de producto retirada de la unidad de cristalización específica.

- 30 En todavía otra realización, la primera corriente de subproducto 6' se hace pasar a través de un intercambiador de calor 14 reduciendo así su temperatura antes de pasar a través de la unidad de cristalización en suspensión 7. Tal como se comentó anteriormente, reducir la temperatura de la primera corriente de subproducto 6' reduce el tiempo y la transferencia de calor requeridos antes de que pueda empezar la cristalización.

- 35 En aún otra realización, la temperatura de la primera corriente de subproducto 6' se reduce antes de entrar en la unidad de cristalización en suspensión 7, preferiblemente hasta una temperatura de entre 2 y 20°C, más preferiblemente de 2 a 10, lo más preferiblemente de 2 a 5. De manera similar, en aún otra realización preferida, la segunda corriente de subproducto se cristaliza a una temperatura de entre -4 y -13°C, preferiblemente de -6 a -10, más preferiblemente de -7,5 a -8,5. Estos intervalos de temperatura para la reducción de temperatura de la corriente y su posterior cristalización hacen posible obtener el máximo beneficio en la mejora de la productividad y la reducción del tiempo de procesamiento.

- 40 En la memoria descriptiva y las reivindicaciones de esta solicitud, la temperatura de una corriente de subproducto antes de entrar en una unidad de cristalización específica se expresa en grados centígrados (°C) y se mide mediante un sensor de temperatura en línea colocado inmediatamente antes de la entrada de la unidad de cristalización específica.



En todavía aún otra realización, la concentración en sal de la segunda corriente de subproducto 9 es de entre el 8 y el 18% en peso, preferiblemente entre el 10 y el 15, más preferiblemente entre el 12 y el 13. Tal como se comentó anteriormente, estos intervalos actúan para optimizar la recuperación de agua del procedimiento.

5 En realizaciones del procedimiento de la invención en las que una tercera etapa de desalinización 135 tiene lugar en la misma unidad de cristalización en suspensión 7 o una segunda unidad de cristalización en suspensión 11, por ejemplo, tal como la mostrada en la figura 3, en algunas realizaciones específicas adicionales la segunda corriente de subproducto 9 se hace pasar a través de un segundo intercambiador de calor 15 reduciendo así su temperatura antes de pasar a través de la misma 7 o segunda unidad de cristalización en suspensión 11. En otras realizaciones específicas adicionales la temperatura de la segunda corriente de subproducto 9 se reduce antes de entrar en la  
10 segunda unidad de cristalización en suspensión 11. Preferiblemente, las temperaturas se reducen hasta una temperatura de entre 2 y 20°C, más preferiblemente de 2 a 10, lo más preferiblemente de 2 a 5. De manera similar, en aún otra realización preferida del procedimiento que tiene una tercera etapa de desalinización, la segunda corriente de subproducto se cristaliza a una temperatura de entre -4 y -13°C, preferiblemente de -6 a -10, más preferiblemente de -7,5 a -8,5. Estos intervalos de temperatura para la reducción de temperatura de la corriente y su  
15 posterior cristalización hacen posible obtener el máximo beneficio en la mejora de la productividad y la reducción del tiempo de procesamiento.

Un experto en la técnica entenderá que el uso de temperaturas de cristalización muy bajas con el fin de lograr concentraciones en sal incluso mayores de la corriente de subproducto estará limitado en la práctica a una  
20 concentración en sal máxima del 23% en peso debido al punto eutéctico de la solución salina. En el caso de aquellas realizaciones que tienen una tercera etapa de desalinización en la misma unidad de cristalización en suspensión 7, un experto en la técnica entenderá que la segunda corriente de subproducto 9 puede almacenarse convenientemente en un recipiente de almacenamiento intermedio entre la segunda y la tercera etapa de desalinización.

La figura 4 muestra una vista esquemática de un aparato que se marca en su conjunto con el número de referencia  
25 1. El aparato 1 comprende una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa 3' que comprende al menos una unidad de desalinización por osmosis inversa 4' que tiene una entrada 21' para una corriente de alimentación de solución salina 2', una salida 51' para una primera corriente de agua de producto 5', una salida 61' para una primera corriente de subproducto 6', en el que la salida 61' está en conexión de fluido con una entrada 62 de una unidad de cristalización en suspensión 7 que tiene una salida 81 para una segunda corriente de agua de  
30 producto 8, y una salida 91 para una segunda corriente de subproducto 9.

La figura 5 muestra una vista esquemática de una realización preferida de la invención que es un aparato 1 tal como se muestra en la figura 4, pero en el que el aparato 1 comprende adicionalmente una unidad de cristalización  
35 estática 10 que tiene una entrada 92 en comunicación de fluido con la salida 91 de la unidad de cristalización en suspensión 7 y una salida 121 para una tercera corriente de agua de producto 12 y una salida 131 para una tercera corriente de subproducto 13.

La figura 6 muestra una vista esquemática de otra realización preferida de la invención que es un aparato 1 tal como se muestra en la figura 4, pero en el que el aparato 1 comprende adicionalmente un intercambiador de calor 14 que  
40 tiene una entrada 141 y una salida 142, en el que la entrada 141 está en comunicación de fluido con la salida 61' y la salida 142 está en comunicación de fluido con la entrada 62 de la unidad de cristalización en suspensión 7. El aparato 1 también comprende adicionalmente una segunda unidad de cristalización en suspensión 11 que tiene una entrada 92 en comunicación de fluido con la salida 91 de la unidad de cristalización en suspensión 7 y una salida 121 para una tercera corriente de agua de producto 12 y una salida 131 para una tercera corriente de subproducto 13, y un segundo intercambiador de calor 15 instalado en línea entre la salida 91 y la entrada 92 de la segunda  
45 unidad de cristalización en suspensión 11 y que tiene una entrada 151 y una salida 152, en el que la entrada 151 está en comunicación de fluido con la salida 91 y la salida 152 está en comunicación de fluido con la entrada 92 de la segunda unidad de cristalización en suspensión 11.

Configuraciones de aparato preferidas para la unidad de cristalización en suspensión 7 son las mismas para el  
50 aparato tal como se muestra en la figura 4 y sus realizaciones preferidas mostradas en la figura 5 y la figura 6 a menos que se indique específicamente lo contrario. Tal como se comentó anteriormente, la planta de desalinización en membrana de osmosis inversa 3', la unidad de desalinización por osmosis inversa 4', la entrada 21', la salida 51' y la salida 61' son todas ellas convencionales y se conocen bien en la técnica, por ejemplo, tal como se da a conocer en el documento US 4.125.463. Las unidades de cristalización en suspensión 7 y 11 también se conocen bien y se dan a conocer en el documento US 6.241.954 B1, y pueden usarse y hacerse funcionar de manera convencional en la invención tal como se describe en la técnica a menos que se indique específicamente lo contrario. Tal como se  
55 comentó anteriormente, una realización preferida de una unidad de cristalización en suspensión 7 para su uso en el procedimiento o aparato de la invención es una unidad de cristalización a contracorriente en múltiples etapas 71. También se conocen bien unidades de cristalización estática 11 y se dan a conocer tal como se da a conocer en Sulzer Technical Review 2/99 págs. 8-11, Sulzer Technical Review 1/2006 págs. 4-6 o el documento US 6.145.340, y también pueden usarse y hacerse funcionar de manera convencional en la invención tal como se describe en la  
60 técnica a menos que se indique específicamente lo contrario.

- En algunas realizaciones específicas preferidas del aparato 1 que comprende una unidad de cristalización estática 10 o una segunda unidad de cristalización en suspensión 11 que tiene una entrada 92 en comunicación de fluido con la salida 91 de la unidad de cristalización en suspensión 7 y una salida 121 para una tercera corriente de agua de producto 12 y una salida 131 para una tercera corriente de subproducto 13, tal como las realizaciones mostradas en la figura 5 o la figura 6, la salida 121 para una tercera corriente de agua de producto 12 está en comunicación de fluido con la primera corriente de subproducto 6' con el fin de recircular ventajosamente la corriente 12 en realizaciones específicas.
- En algunas realizaciones del aparato 1, tal como la realización preferida mostrada en la figura 6, el aparato 1 comprende adicionalmente un intercambiador de calor 14 y/o un segundo intercambiador de calor 15. Tal como se comentó anteriormente, el uso de unos intercambiadores de calor reduce de manera beneficiosa el tiempo y la transferencia de calor requeridos antes de que pueda empezar la cristalización.
- La figura 7 muestra un diagrama de flujo de procedimiento de una realización de una unidad de cristalización en suspensión típica. La alimentación entra en la unidad por gravedad a través del recipiente de alimentación V-103 ubicado en el nivel superior de la estructura principal. El recipiente de alimentación se llena con la bomba de alimentación P-100. El recipiente E-101 combina la función de cristizador de pared raspada (tubo interior rodeado por una carcasa que contiene un medio refrigerante) para la producción de cristales de hielo y la de un recipiente de crecimiento en el que se da suficiente tiempo de residencia a esos cristales como para crecer hasta un tamaño que puede manipularse por la columna de lavado S-200.
- Tras el arranque, el refrigerante enfría el producto a medida que se produce transferencia de calor entre el tubo interior y la carcasa. A medida que el refrigerante absorbe el calor de la suspensión hay cierto grado de superenfriamiento (temperatura de líquido por debajo de la temperatura de equilibrio) del agua. Una vez alcanzado el punto de congelación de la alimentación, comienzan a formarse cristales de hielo (núcleos). El porcentaje de cristales de hielo aumenta lentamente. El tubo interior emplea un árbol rotatorio que está equipado con paletas de raspador. Las paletas raspan continuamente la pared interior del tubo. Esto mantiene la superficie de tubo libre de cristales durante el funcionamiento, lo cual es importante para una transferencia de calor eficiente.
- La suspensión de cristales de hielo se recircula de manera continua sobre el cristizador por medio de la bomba de circulación P-101. Toda la unidad se mantiene llena mediante el recipiente de alimentación atmosférico V-103 ubicado por encima de la unidad principal. Habitualmente la unidad principal se mantiene con una ligera sobrepresión con un sistema de protección con nitrógeno.
- A partir del bucle de circulación principal se alimentan la mezcla de hielo y corrientes de subproducto segunda o tercera 9 ó 13 a la columna de lavado S-200 en la que se separa el hielo del concentrado.
- El hielo se funde en el dispositivo de fusión y se descarga del sistema a través de una válvula automática. Las corrientes de subproducto segunda o tercera 9 ó 13 se descargan a través de una válvula automática a partir de la línea de filtrado de columna de lavado.
- La columna de lavado es un dispositivo de separación mecánica que retira cristales de hielo de las corrientes de subproducto segunda o tercera 9 ó 13 (solución salina concentrada). El cuerpo principal de la columna de lavado es un cilindro. Dentro del cilindro un pistón se mueve hacia arriba y hacia abajo creando un lecho de cristales compacto. La eficiencia de la columna de lavado depende del tamaño de cristal y la viscosidad del producto. Cristales más grandes y menor viscosidad hacen que la separación sea más eficiente.
- Las corrientes de producto segunda o tercera 8 ó 12 se descargan de la columna de lavado y el filtrado se recircula al cristizador/sección de crecimiento. Las corrientes de producto segunda o tercera 8 ó 12 descargadas se sustituyen por la primera corriente de subproducto 6' descargada de la planta de RO. Los componentes que no cristalizan en las corrientes de subproducto segunda o tercera 9 ó 13 se acumulan en la unidad.
- Tras alcanzar la temperatura de cristalización deseada (correspondiente a una determinada concentración de componentes que no cristalizan en las corrientes de subproducto segunda o tercera 9 ó 13) se comienza la retirada de agua concentrada. El agua concentrada abandona la planta a través de la columna de lavado como corriente secundaria del flujo de filtrado.
- La figura 8 muestra un diagrama de flujo de procedimiento (PFD) de una realización de una unidad de cristalización a contracorriente en múltiples etapas 71 típica, que es un tipo preferido de unidad de cristalización en suspensión 7.
- En este PFD, la alimentación entra en el bucle principal de la etapa de baja concentración por gravedad a través del recipiente de alimentación, V-3000. El bucle principal consiste además en uno o más cristizadores, E-2X00, una o más bombas de circulación de suspensión, P-2X01, y un recipiente de crecimiento de cristales, V-2000. Asociadas con la etapa de baja concentración hay una o más columnas de lavado, S-1500, con bomba de bucle de fusión, P-3X01 y dispositivo de fusión de hielo, E-3X00. Se descarga agua de la etapa de baja concentración. El filtrado de la columna de lavado se envía al recipiente de alimentación, V-1500, de la etapa de alta concentración. La alimentación en exceso se devuelve al recipiente de alimentación de la etapa de baja concentración por una línea de rebosamiento.

La etapa de alta concentración es similar a la etapa de baja concentración. Sin embargo, la suspensión del bucle principal ahora se envía a un denominado dispositivo de espesamiento, S-1500. Un dispositivo de espesamiento es una columna de lavado en la que el hielo no se lava y no se funde. El dispositivo de espesamiento simplemente comprime la suspensión para formar un lecho de hielo compacto. El filtrado del dispositivo de espesamiento se descarga de la planta como producto o se devuelve al bucle de suspensión principal de la etapa de alta concentración. El lecho de hielo compactado vuelve a suspenderse en un bucle de circulación de suspensión desde y hacia la etapa de baja concentración.

Aún otro aspecto de la invención es el uso del procedimiento o del aparato 1 para la reducción del volumen de primera corriente de subproducto 6' (desecho de solución salina concentrada) de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa 3', preferiblemente una planta de desalinización terrestre 3', o en un dispositivo o planta o procedimiento para producir agua desalinizada, para la producción de sal, para la coproducción de energía y agua desalinizada o para el acondicionamiento de aire. La incorporación de la invención a una planta de RO permite una reducción de la capacidad requerida de la planta de RO y, por tanto, de la inversión para una aplicación particular. Por ejemplo, la productividad se aumenta mediante el uso de la invención en cuanto a que se requiere menos alimentación de solución salina porque se recupera parte del agua que de lo contrario se perdería. Además, estos diversos usos presentan normalmente el beneficio de una reducción de costes de mantenimiento debido al uso de tecnologías y unidades de cristalización demostradas.

### Ejemplos

Los siguientes ejemplos se exponen para proporcionar a los expertos habituales en la técnica una descripción detallada de cómo se evalúan los procedimientos, aparatos y usos reivindicados en el presente documento, y no se pretende que limiten el alcance de lo que los inventores consideran como su invención. A menos que se indique lo contrario, las partes son en peso y la temperatura es en grados centígrados (°C).

La planta piloto usada en los ejemplos tenía la configuración mostrada en la figura 7 y descrita anteriormente. La temperatura del medio de transferencia de calor (HTM) era de entre 15 y -19°C. La temperatura de la alimentación (la primera corriente de subproducto 6') era de 15°C y la temperatura de funcionamiento final era de -19°C.

Los pesos de todas las corrientes retiradas del cristizador se midieron usando una balanza digital y se llevaron a cabo mediciones del punto de congelación cuando era apropiado (a purezas menores, cuando las desviaciones con respecto al punto de congelación de producto puro eran lo bastante significativas como para detectarse). Se tomaron muestras durante las series de prueba y se analizaron.

La concentración en sal (C) se determinó mediante una medición de la conductividad eléctrica, en la que la conductividad eléctrica (U) se expresa en unidades de mili-siemens por cm (mS/cm). La relación entre C en ppm y U en mS/cm se proporciona por la siguiente ecuación:

$$C = ((0,0154009*(U^3))-(2,67657*(U^2))+(922,071*(U))-(744,133))$$

La recuperación de agua (WR) en porcentaje (%) en los ejemplos se determinó mediante la siguiente ecuación:

$$WR = (w_p/w_f) * 100\%$$

en la que  $w_p$  = peso del producto y  $w_f$  = peso de la alimentación.

El rechazo de sal (SR) en porcentaje (%) en los ejemplos se determinó mediante la siguiente ecuación:

$$SR = (1 - x_p/x_f) * 100\%$$

en la que  $x_p$  = concentración en sal en el producto y  $x_f$  = concentración en sal en la alimentación.

### 40 Ejemplos 1 a 3

En estos ejemplos, se trató una corriente de alimentación de solución salina (primera corriente de subproducto 6') que tenía una concentración en sal de desde el 3,5 hasta el 6,1% en peso en una segunda etapa de desalinización 120 mediante cristalización en una única etapa de la planta piloto de cristalización en suspensión y proporcionó los resultados mostrados en las tablas 1 a 3. Se observa que los ejemplos 2 y 3 se basan ambos en modelado computacional del procedimiento en la planta. La figura 9 resume la recuperación de agua frente a la temperatura de residuo obtenida en los ejemplos 1 a 3.

Los ejemplos demuestran que el procedimiento y el aparato de la invención pueden usarse de manera provechosa en el tratamiento de la primera corriente de subproducto 6' (corrientes de efluente de desecho) de plantas de desalinización en membrana de RO que tienen una variedad de concentraciones de solución salina. No obstante, los datos en las tablas y la figura muestran que generalmente se preferirá tener una concentración en sal de entre aproximadamente el 3 y aproximadamente el 7% en peso. Con el fin de tener el uso más económico de la planta de membrana de RO, la concentración en sal será superior, lo más preferiblemente de entre aproximadamente el 6 y aproximadamente el 7% en peso.

La figura 9 demuestra que se obtiene un resultado óptimo cuando se concentra el residuo (segunda corriente de subproducto 9) hasta de -8 a -9°C, lo que da como resultado una concentración en sal de entre aproximadamente el 13 y aproximadamente el 14% en peso. Esta configuración de procedimiento produce casi la mejor recuperación de agua y rechazo de sal y, por tanto, un resultado óptimo. Temperaturas de residuo superiores ( $\geq -7^{\circ}\text{C}$ ) producen una peor recuperación de agua. Temperaturas de residuo inferiores ( $\leq -9^{\circ}\text{C}$ ) requieren costes de energía mucho mayores sin ofrecer ningún aumento significativo en la recuperación de agua. Además, la pureza del producto es inferior para tales temperaturas de residuo muy bajas.

Ejemplo 4

En este ejemplo, se llevó a cabo una cristalización en suspensión como en el ejemplo 1 y se hizo pasar el residuo (segunda corriente de subproducto 9) en una tercera etapa de desalinización 130 a través de una unidad de cristalización estática 10. La planta piloto usada en este ejemplo consistía en una unidad de cristalización estática convencional de un cristizador de 70 litros, equipado con el mismo tipo de elementos de cristizador que los usados para cristalizadores industriales. Por tanto, evita cualquier riesgo en el diseño para la capacidad final ya que no se necesita realizar ningún aumento a escala.

En este ejemplo se incorporó una etapa de condensación, lo que da como resultado una mayor pureza de producto y mayor rechazo de sal; sin embargo, la recuperación de agua y el rendimiento se reducen en cierta medida y se requieren unos equipos más grandes y un tiempo de procesamiento más prolongado. Un experto en la técnica entenderá cómo realizar soluciones intermedias entre estos aspectos particulares con el fin de obtener un resultado optimizado para una situación y requisitos particulares.

Este ejemplo demuestra que la segunda corriente de subproducto 9 de una unidad de cristalización en suspensión 7 puede tratarse ventajosamente en una tercera etapa de desalinización 130 en una unidad de cristalización estática 10 para proporcionar una tercera corriente de agua de producto 12 de pureza suficiente (sal a aproximadamente el 4-6% en peso) que puede alimentarse de vuelta a la alimentación de la unidad de desalinización por osmosis inversa 4' o a la primera corriente de subproducto 6', aumentando por tanto la recuperación de agua global.

La cristalización del residuo (tercera corriente de agua de producto 12) a temperaturas de -16 a -17°C da como resultado un residuo con una concentración en sal del 21% en peso. Pueden usarse temperaturas de residuo elevadas, pero dan como resultado menores valores de recuperación de agua y rechazo de sal. Pueden usarse temperaturas de residuo incluso menores, pero esto tiene mayores costes de energía. Además, alcanzar temperaturas incluso inferiores queda limitado por el punto eutéctico a una concentración en sal de aproximadamente el 23% en peso.

Aunque se han expuesto diversas realizaciones con fines de ilustración, no debe considerarse que las descripciones anteriores son una limitación del alcance en el presente documento. Por consiguiente, a un experto en la técnica se le pueden ocurrir diversas modificaciones, adaptaciones y alternativas sin apartarse del alcance en el presente documento.

La invención se define por las reivindicaciones adjuntas.

Tabla 1: Ejemplo 1

Parámetros	Unidades	1ª corriente de subproducto 6'	2ª corriente de agua de producto 8	2ª corriente de subproducto 9
Concentración en sal	(%)	6,1	0,011	13,0
Punto de fusión	(°C)	-3,1	-0,03	-8,1
Recuperación de agua	(%)		53	
Rechazo de sal	(%)		99,82	

Tabla 2: Ejemplo 2

Parámetros	Unidades	1ª corriente de subproducto 6'	2ª corriente de agua de producto 8	2ª corriente de subproducto 9
Concentración en sal	(%)	3,5	0,01	13
Punto de fusión	(°C)	-2	-0,01	-8
Recuperación de agua	(%)		73	
Rechazo de sal	(%)		99,8	

Tabla 3: Ejemplo 3

Parámetros	Unidades	1ª corriente de subproducto 6'	2ª corriente de agua de producto 8	2ª corriente de subproducto 9
Concentración en sal	(%)	4,9	0,01	13
Punto de congelación	(°C)	-2,4	-0,01	-8
Recuperación de agua	(%)		63	

## ES 2 667 050 T3

Rechazo de sal	(%)	99,8
----------------	-----	------

Tabla 4: Ejemplo 4

Parámetros	Unidades	2ª corriente de subproducto 9	3ª corriente de agua de producto 12	3ª corriente de subproducto 13
Porcentaje de sal	(%)	13,00	5,25	20,89
Punto de congelación	(°C)	-7,97	-2,83	-16,47
Recuperación de agua	(%)		49,84	
Rechazo de sal	(%)		59,62	

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para desalinizar agua que comprende las etapas de:  
 5 hacer pasar una corriente de alimentación de solución salina (2') en una primera etapa de desalinización a través de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa (3') que comprende al menos una unidad de desalinización por osmosis inversa (4') para formar una primera corriente de agua de producto (5') que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la corriente de alimentación de solución salina (2') y una primera corriente de subproducto (6') que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la corriente de alimentación de solución salina (2')  
 10 en el que la primera corriente de subproducto (6') se hace pasar en una segunda etapa de desalinización a través de una unidad de cristalización en suspensión (7), preferiblemente una unidad de cristalización a contracorriente en múltiples etapas (71), para formar una segunda corriente de agua de producto (8) que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la primera corriente de subproducto (6) y una segunda corriente de subproducto (9) que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la primera corriente de subproducto (6'),  
 15 y en el que la segunda corriente de subproducto (9) se hace pasar en una tercera etapa de desalinización a través de o bien una unidad de cristalización estática (10) o bien la misma (7) o una segunda unidad de cristalización en suspensión (11) para formar una tercera corriente de agua de producto (12) que tiene una concentración en sal reducida con respecto a la de la segunda corriente de subproducto (9) y una tercera corriente de subproducto (13) que tiene una concentración en sal aumentada con respecto a la de la segunda corriente de subproducto (9).  
 20
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la tercera corriente de agua de producto (12) se alimenta al interior de la primera corriente de subproducto (6').
3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en el que la concentración en sal de la primera corriente de subproducto (6') es de entre el 3 y el 7% en peso, preferiblemente entre el 3,5 y el 7, más preferiblemente entre el 5 y el 7, lo más preferiblemente entre el 6 y el 7.  
 25
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la primera corriente de subproducto (6') se cristaliza en la unidad de cristalización en suspensión (7) a una temperatura de entre -1 y -4°C, preferiblemente de -1,5 a -4, más preferiblemente de -2 a -4, lo más preferiblemente de -3 a -4.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la primera corriente de subproducto (6') se hace pasar a través de un intercambiador de calor (14) reduciendo así su temperatura antes de pasar a través de la unidad de cristalización en suspensión (7).  
 30
6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la temperatura de la primera corriente de subproducto (6') se reduce antes de entrar en la unidad de cristalización en suspensión (7), preferiblemente hasta una temperatura de entre 2 y 20°C, más preferiblemente de 2 a 10, lo más preferiblemente de 2 a 5.  
 35
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la concentración en sal de la segunda corriente de subproducto (9) es de entre el 8 y el 18% en peso, preferiblemente entre el 10 y el 15, más preferiblemente entre el 12 y el 13.
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la segunda corriente de subproducto (9) se cristaliza en la unidad de cristalización estática (10) o la misma (7) o una segunda unidad de cristalización en suspensión (11) a una temperatura de entre -4 y -13°C, preferiblemente de -6 a -10, más preferiblemente de -7,5 a -8,5.  
 40
9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la segunda corriente de subproducto (9) se hace pasar a través de un segundo intercambiador de calor (15) reduciendo así su temperatura antes de pasar a través de la segunda unidad de cristalización en suspensión (11), preferiblemente hasta una temperatura de entre 2 y 20°C, más preferiblemente de 2 a 10, lo más preferiblemente de 2 a 5.  
 45
10. Aparato (1) para llevar a cabo el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende:  
 50 una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa (3') que comprende al menos una unidad de desalinización por osmosis inversa (4') que tiene una entrada (21') para una corriente de alimentación de solución salina (2'), una salida (51') para una primera corriente de agua de producto (5'), una salida (61') para una primera corriente de subproducto (6'),  
 en el que la salida (61') está en conexión de fluido con una entrada (62) de una unidad de cristalización en

suspensión (7), preferiblemente una unidad de cristalización a contracorriente en múltiples etapas (71), que tiene una salida (81) para una segunda corriente de agua de producto (8), y una salida (91) para una segunda corriente de subproducto (9),

5 y adicionalmente que comprende una unidad de cristalización estática (10) o una segunda unidad de cristalización en suspensión (11) que tiene una entrada (92) en comunicación de fluido con la salida (91) de la unidad de cristalización en suspensión (7) y una salida (121) para una tercera corriente de agua de producto (12) y una salida (131) para una tercera corriente de subproducto (13), en el que la salida (121) está en comunicación de fluido con la salida (61') de modo que la tercera corriente de agua de producto (12) puede recircularse.

10 11. Aparato según la reivindicación 10, en el que la salida (121) para una tercera corriente de agua de producto (12) está en comunicación de fluido con la primera corriente de subproducto (6').

12. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 11, que comprende adicionalmente un intercambiador de calor (14) que tiene una entrada (141) y una salida (142), en el que la entrada (141) está en comunicación de fluido con la salida (61') y la salida (142) está en comunicación de fluido con la entrada (62) de la unidad de cristalización en suspensión (7).

15

13. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en el que un segundo intercambiador de calor (15) está instalado en línea entre la salida (91) y la entrada (92) de la segunda unidad de cristalización en suspensión (11) y que tiene una entrada (151) y una salida (152), en el que la entrada (151) está en comunicación de fluido con la salida (91) y la salida (152) está en comunicación de fluido con la entrada (92) de la segunda unidad de cristalización en suspensión (11).

20

14. Uso del aparato según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, para la reducción del volumen de la primera corriente de subproducto (6') de una planta de desalinización en membrana de osmosis inversa (3'), una planta de desalinización terrestre (3'), o en un dispositivo o planta o procedimiento para producir agua desalinizada, para la producción de sal, para la coproducción de energía y agua desalinizada o para el acondicionamiento de aire.

25

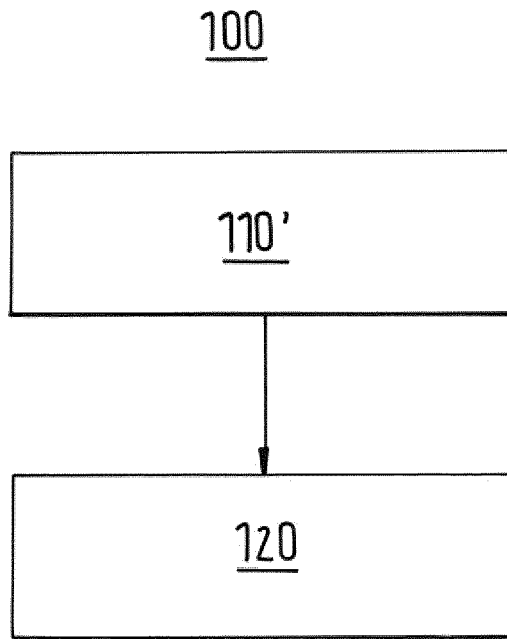


Fig.1



100

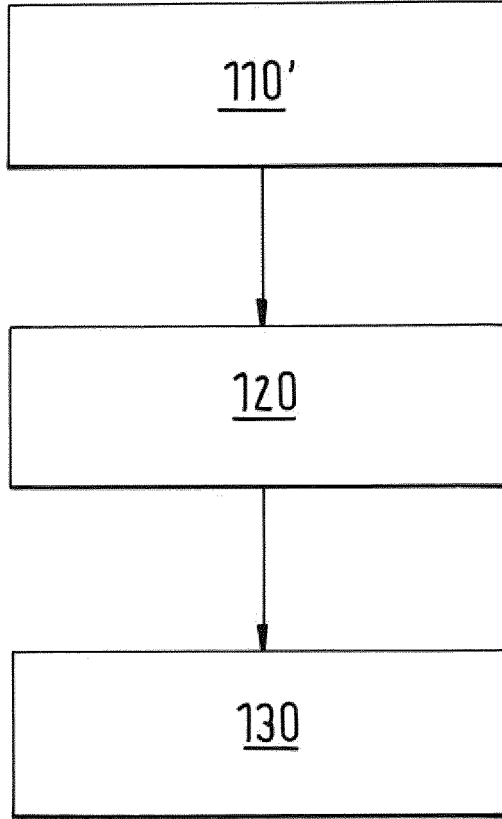


Fig.2

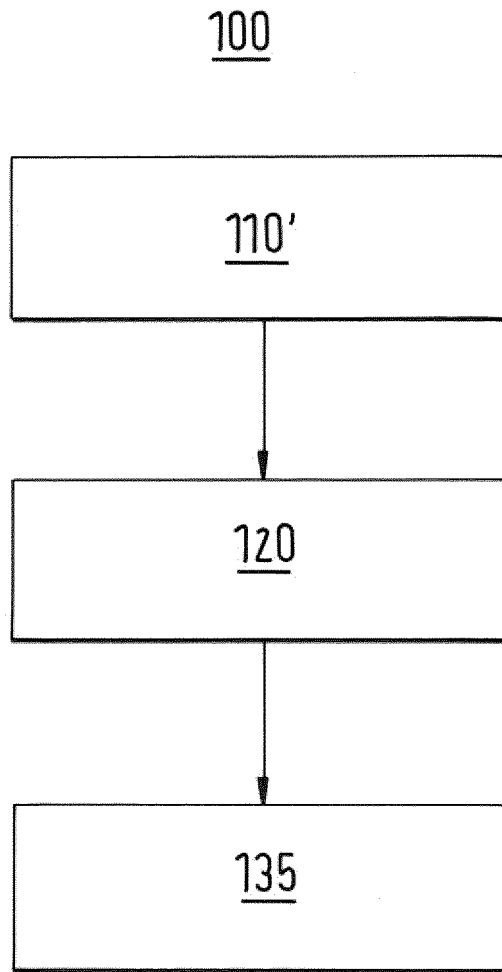


Fig.3

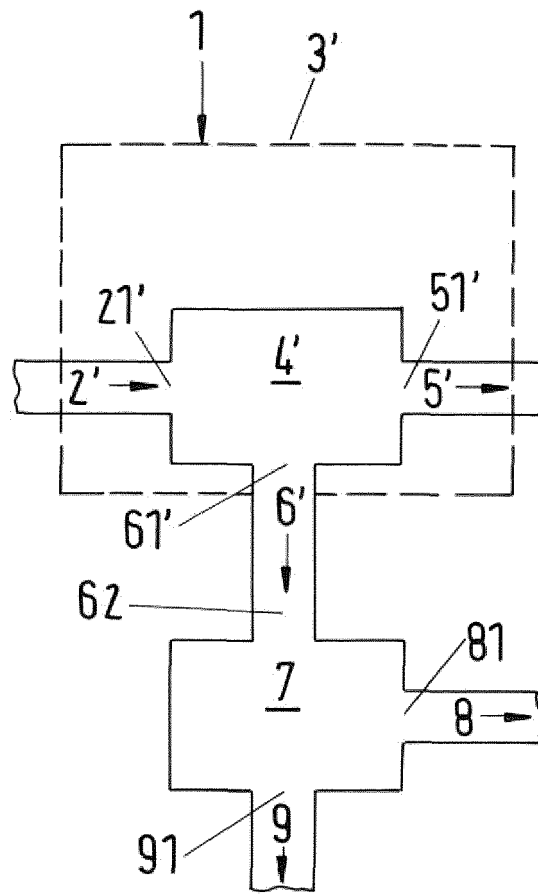


Fig.4

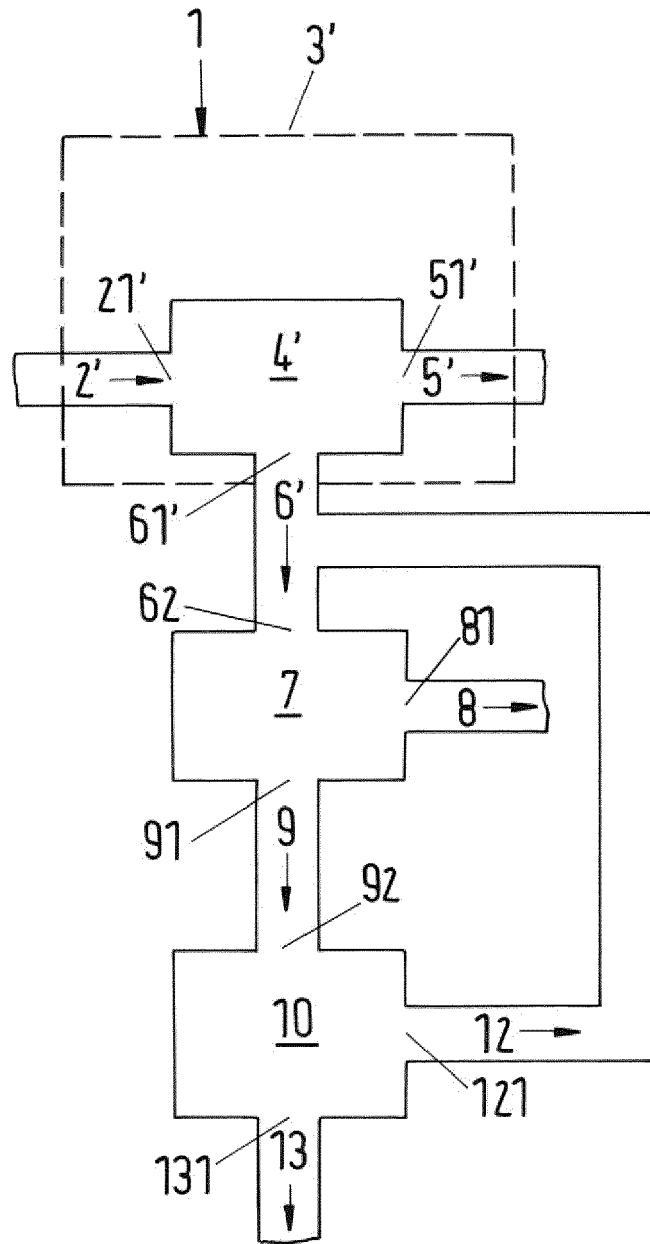


Fig.5

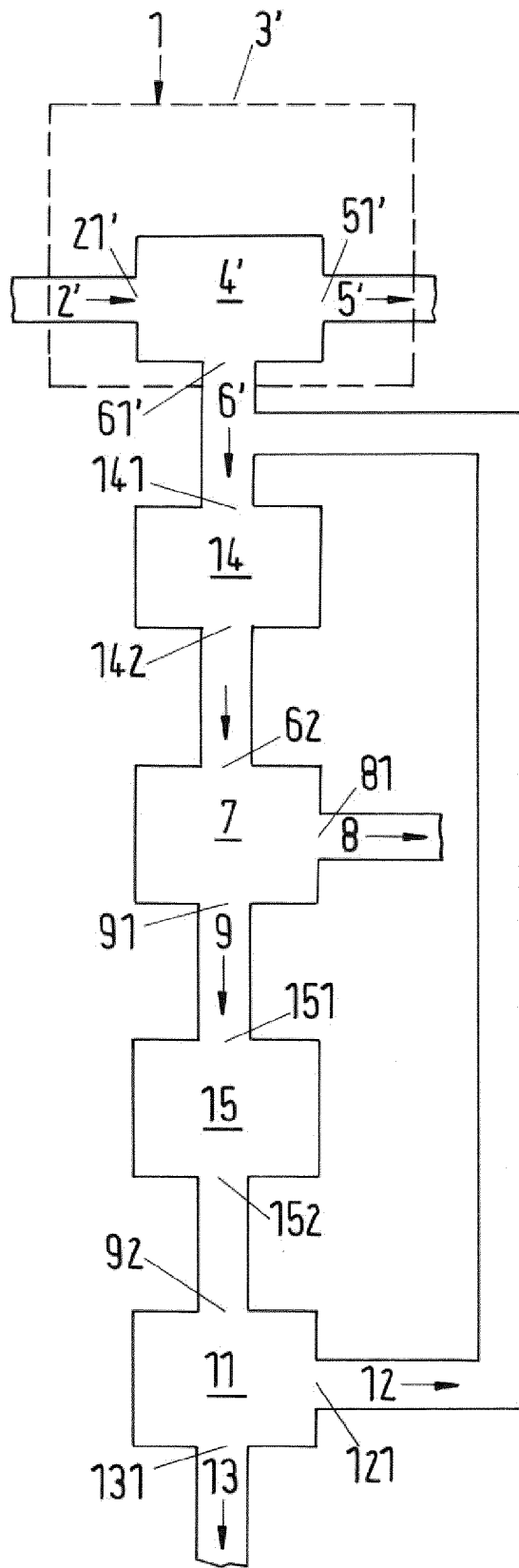


Fig.6

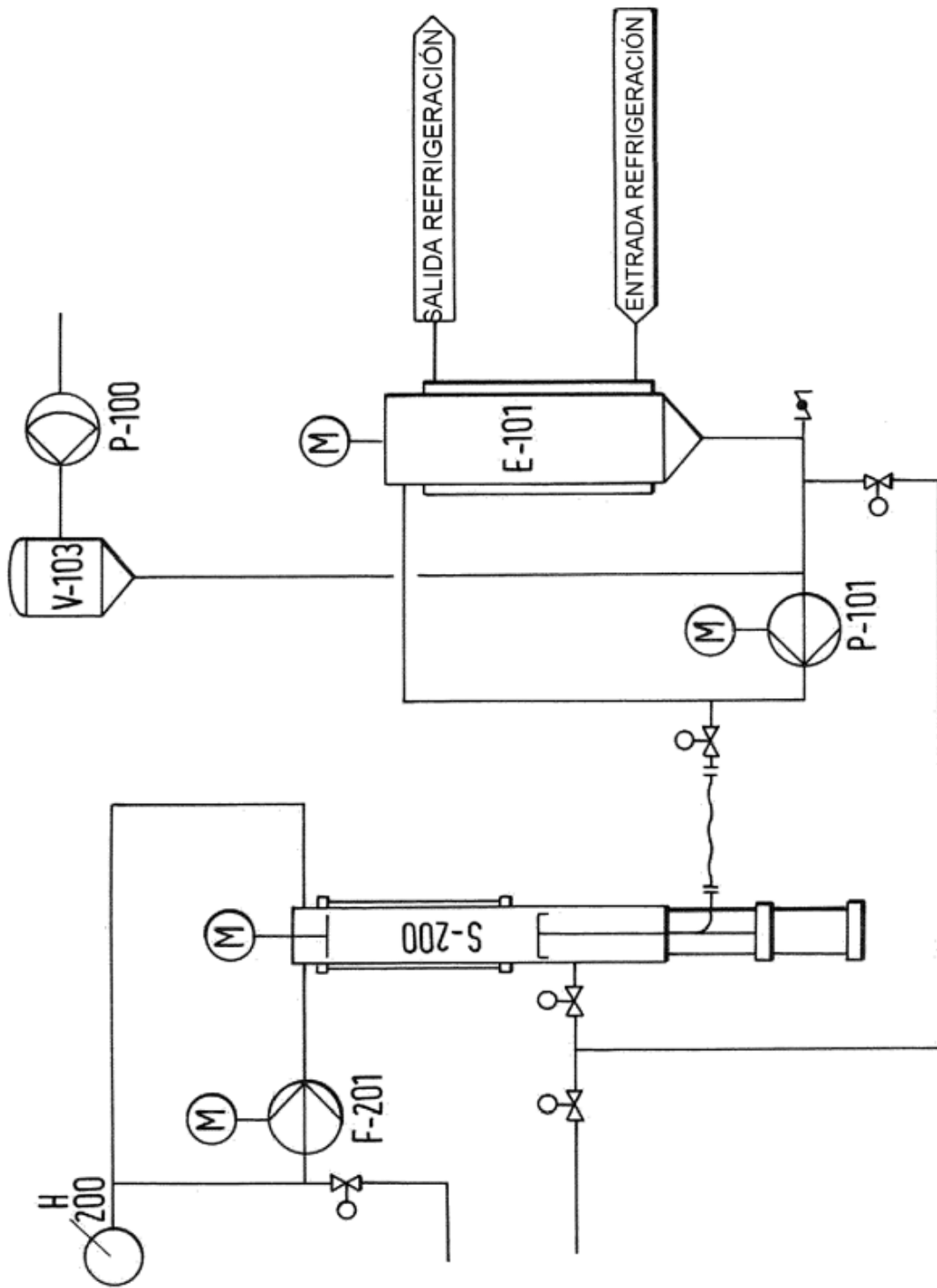


Fig.7

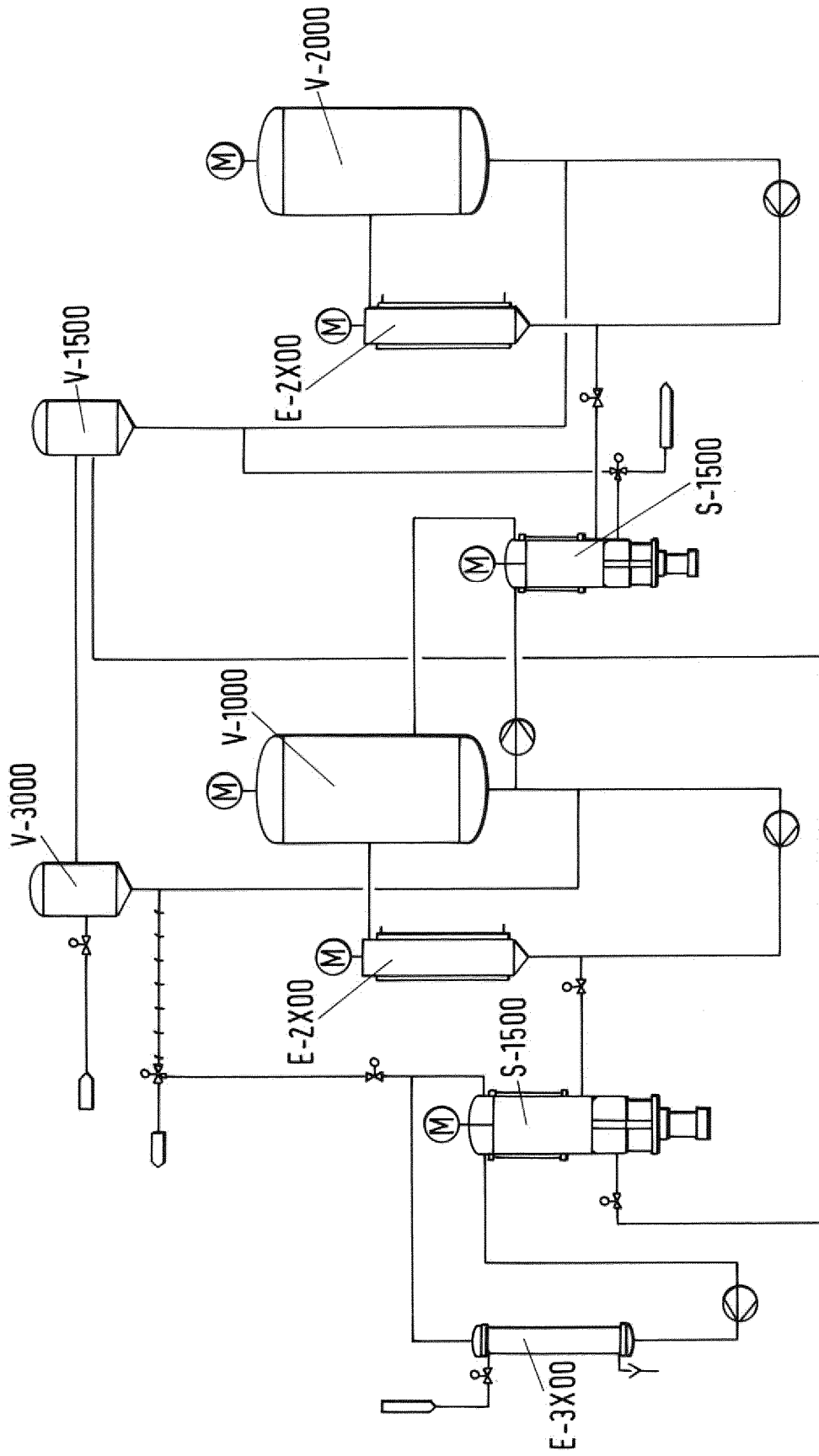


Fig.8

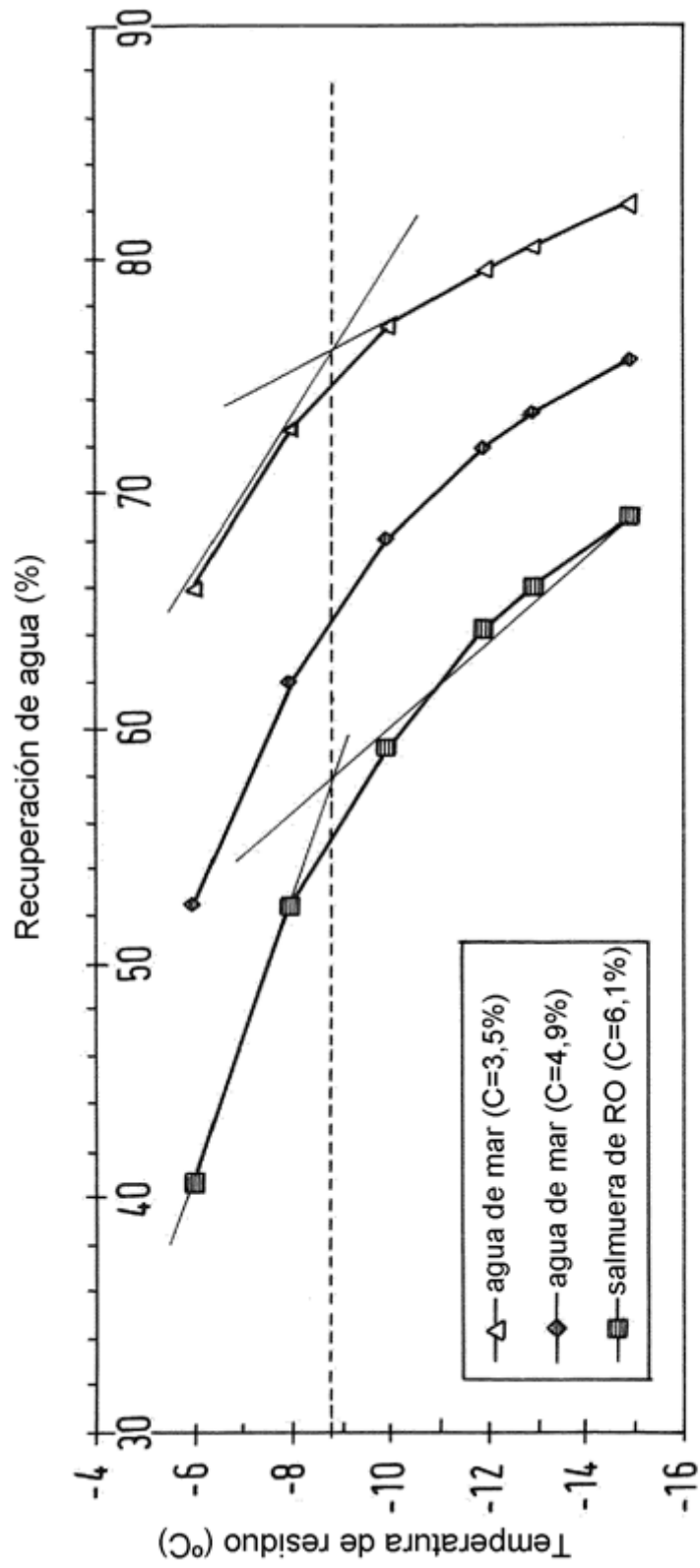


Fig.9