

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 748 782**

51 Int. Cl.:

B01D 61/00 (2006.01)

B01D 61/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.06.2016 PCT/EP2016/065195**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.01.2017 WO17001513**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.06.2016 E 16734312 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2019 EP 3316994**

54 Título: **Procedimiento de destilación osmótica para la concentración de un líquido que contiene cloruro de sodio**

30 Prioridad:

01.07.2015 EP 15174857

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

17.03.2020

73 Titular/es:

**COVESTRO DEUTSCHLAND AG (100.0%)
Kaiser-Wilhelm-Allee 60
51373 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es:

**BULAN, ANDREAS;
SCHIESSER, YULIYA y
WEBER, RAINER**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 748 782 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de destilación osmótica para la concentración de un líquido que contiene cloruro de sodio

5 La invención se refiere a un procedimiento de destilación osmótica para la concentración de un líquido que contiene cloruro de sodio. La invención se refiere en particular a un procedimiento de procesamiento para aguas residuales de reacción que contienen cloruro de sodio obtenidas de la producción de polímeros.

La invención parte de procedimientos de destilación osmóticas conocidos, que prevén habitualmente la transición de agua desde un líquido que por ejemplo contiene cloruro de sodio por una membrana hacia una solución extractora.

10 En el caso de la destilación osmótica (DO) clásica según el principio de contacto directo se separa una mezcla de líquidos (alimentación) con un componente volátil mediante una membrana microporosa, que no puede humedecerse por el líquido de una segunda fase líquida (solución extractora) que puede absorber el componente volátil. La pieza de núcleo de la DO conocida es la membrana hidrófoba. Las soluciones acuosas no pueden humedecer la membrana, sin embargo pueden emitir vapor de agua en la superficie de membrana (lado de alimentación), que permea por los poros de la membrana y se condensa en el lado de la solución extractora de la membrana. La fuerza motriz de la DO es la diferencia de presión de vapor entre la respectiva presión de vapor a través de la solución de alimentación y la solución extractora. La membrana sirve a este respecto como una barrera para la separación de fases.

La DO no requiere como tal ningún calor adicional o la aplicación de una diferencia de presión como fuerza motriz y es adecuada por consiguiente en general para la concentración de soluciones acuosas y en particular de productos sensibles de la industria alimentaria, química y farmacéutica.

20 Los módulos investigados y/o usado para DO hasta ahora usan todos exclusivamente el principio del contacto directo de los dos fluidos (solución de alimentación y solución extractora) con una membrana.

Si bien se conocen básicamente planteamientos para el aprovechamiento de aguas residuales de proceso que contienen NaCl para la electrolisis, sin embargo la concentración de NaCl necesaria para la electrolisis de cloro se consigue mediante disolución de sal fresca en las aguas residuales de proceso purificadas. De esta manera puede reciclarse sin embargo sólo una parte de toda el agua residual debido al equilibrio de agua de la electrolisis.

Para poder reciclar toda el agua residual es necesaria una concentración. Ésta puede realizarse por ejemplo mediante evaporación térmica (documento WO/2001/38419). Además se conocen los siguientes procedimientos para el aumento de la concentración de NaCl: 1) energía de microonda (documento US 4267026); 2) combinación de congelación, centrifugación y osmosis inversa (documento US 4592768); 3) cristalización de los hidratos (documento US 3655333). Sin embargo, todos estos procedimientos requieren mucha energía y son costosos.

El uso de NaOH como solución extractora si bien se conoce básicamente por el estado de la técnica (véase el documento WO/2005/118114). Sin embargo a este respecto se trata del uso de la DO para la concentración de soles de NaCl en la circulación de anolito. Allí se usan módulos de microfiltración tubulares MicroZa® y Gore-Tex® como contactores según el principio de contacto directo. Un problema grave del procedimiento de DO conocido según el principio de contacto directo es sin embargo la contaminación de la solución extractora con NaCl.

Otro impedimento en el uso de agua de proceso que contiene cloruro de sodio para el procedimiento de DO conocido consiste aún en la carga de la solución con impurezas orgánicas. Es concebible concretamente separar las impurezas orgánicas por medio por ejemplo de carbón activo.

40 Una parte de las impurezas permanece sin embargo no obstante en concentración en el intervalo de ppm en las aguas residuales. Estas impurezas conducen a la producción y al crecimiento de "hot-spots" hidrófilos en la membrana hidrófila durante el funcionamiento, que tiene como consecuencia allí una humectación de la membrana y por consiguiente la **irrupción de las soluciones por la membrana**. Este fenómeno conduce finalmente al efecto indeseado de la contaminación de la solución de NaOH.

45 Los inconvenientes de la destilación osmótica conocida por el estado de la técnica según el principio de contacto directo se resumen:

- producción y crecimiento de sitios hidrófilos en la membrana hidrófoba durante el funcionamiento debido a las sustancias humectantes existentes en la solución de alimentación o cristalización de las sales que conduce a la irrupción de las soluciones por la membrana.
- contaminación recíproca de los flujos de fluido con la humectación o permeabilidad de la membrana.

50 El objetivo de la presente invención consiste en facilitar un procedimiento de destilación osmótica para la concentración de un líquido que contiene cloruro de sodio, que supere los inconvenientes descritos anteriormente de los procedimientos conocidos por el estado de la técnica para la destilación osmótica y que permita en particular una concentración de funcionamiento seguro de soluciones acuosas que contienen cloruro de sodio o bien dilución de la solución extractora.

El objeto de la invención es un procedimiento de destilación osmótica para la concentración de un líquido acuoso que contiene cloruro de sodio, en el que el líquido presenta una concentración de hasta el 20 % en peso de cloruro de sodio, preferentemente del 2 al 18 % en peso de cloruro de sodio, que presenta al menos las siguientes etapas,

5 a) dado el caso purificar previamente el líquido de partes constituyentes secundarias orgánicas (en particular fenol, bisfenol A, isopropilfenol, butilfenol, clorobenceno, diclorometano, etilpiperidina y otros), en particular hasta obtener un contenido total de las partes constituyentes secundarias orgánicas de 20 ppm, en particular preferentemente con respecto al contenido en etilpiperidina hasta obtener un contenido de etilpiperidina de como máximo 5 ppm,

10 b) introducir el líquido purificado en una primera zona (zona de evaporación), que está separada de una zona de difusión colindante con esta primera zona mediante una primera membrana hidrófoba permeable al vapor de agua,

c) difundir vapor de agua desde el líquido que contiene cloruro de sodio a través de la membrana hacia la zona de difusión,

15 d) difundir adicionalmente vapor de agua desde la zona de difusión a través de una segunda membrana hidrófoba permeable al vapor de agua hacia una zona de destilación colindantes con la zona de difusión y extraer el vapor de agua en una solución extractora que se intercambia continuamente en la zona de destilación.

Como solución extractora pueden usarse soluciones discrecionales con alta presión osmótica, en particular soluciones acuosas de hidróxidos alcalinos, en particular de NaOH, o de NaCl, CaCl₂, MgCl₂, poliglicoles etc. Como solución extractora especialmente preferente ha resultado una solución acuosa de NaOH.

20 Una variante preferente del nuevo procedimiento está caracterizado, por consiguiente, porque como solución extractora se usa una solución de hidróxido alcalino concentrada, en particular solución de hidróxido de sodio concentrada.

25 De manera especialmente preferente se usa una solución extractora con una concentración de hidróxido alcalino, de manera especialmente preferente de NaOH, del 10 % en peso al 50 % en peso, de manera muy especialmente preferente del 15 % en peso al 35 % en peso, en particular de manera especialmente preferente del 20 % en peso al 33 % en peso.

Una ventaja del uso de solución de hidróxido de sodio consiste en que una mezcla que se produce eventualmente de solución de hidróxido de sodio y cloruro de sodio puede reciclarse eventualmente de manera sencilla para obtener cloruro de sodio, que puede usarse de nuevo.

30 En una variante preferente del procedimiento novedoso se usa de manera concreta una zona de difusión que presenta un drenaje para la evacuación de líquido y condensado, en particular condensado cargado con aniones perturbadores, en particular preferentemente con aniones cloruro perturbadores o se evacúa dado el caso de líquido que pasa a través o solución extractora que pasa a través de la membrana hacia la zona de difusión. El condensado puede evacuarse para evitar por ejemplo una contaminación de la solución extractora (por ejemplo en el caso de solución de hidróxido de sodio) con aniones cloruro. En el caso de cargas con un contenido de más de 100 ppm de iones cloruro en la solución de hidróxido de sodio puede producirse una corrosión reforzada de las piezas del dispositivo en contacto con el producto.

40 En el nuevo procedimiento, preferentemente como líquido acuoso que contiene cloruro de sodio se usa un agua residual de producción procedente de un procedimiento para la preparación de polímeros, en particular para la preparación de policarbonatos o de productos previos de poliuretano.

A continuación se mencionan a modo de ejemplo soluciones de proceso conocidas por el estado de la técnica que pueden usarse especialmente para la aplicación del procedimiento novedoso:

solución de agua residual de reacción que contiene cloruro de sodio que se produce en la preparación de policarbonato tal como se describe a modo de ejemplo en el documento EP2286898 A1;

45 solución de agua residual de reacción que contiene cloruro de sodio que se produce en la preparación de carbonato de diarilo tal como se describe a modo de ejemplo en el documento EP2241550A1;

solución que contiene cloruro alcalino que se produce en la síntesis de di- y poliaminas de la serie de difenilmetano para la preparación de metilen-difenil-diisocianatos tal como se describe a modo de ejemplo en el documento DE102008012037A1.

50 En una realización preferente del procedimiento novedoso se usan como material para la primera y la segunda membrana materiales que se basan independientemente entre sí en un polímero hidrófobo, en particular materiales a base de polipropileno y /o de politetrafluoroetileno (PTFE). De manera especialmente preferente se usan membranas de PTFE.

Actualmente se usan sólo membranas porosas en la destilación osmótica conocida por el estado de la técnica. Las membranas usadas con más frecuencia son membranas planas, de fibras huecas y capilares. El tamaño de poro que se requiere para membranas de DO asciende habitualmente a aproximadamente 10 nm a 1 μm . Un tamaño de poro óptimo debe determinarse para cualquier aplicación individual dependiendo del tipo de solución de alimentación y debe ajustarse a los siguientes requerimientos: 1) los poros de membrana deben ser bastante grandes para permitir el flujo necesario. 2) Los poros de membrana deben ser bastante pequeños para impedir la introducción de líquido en las condiciones de funcionamiento previstas.

El intervalo del tamaño de poro máximo que evita una humectación de los poros de membrana mediante la solución de alimentación, se encuentra entre 0,1 y 0,6 μm . Para membranas que se usan para la DO es sin embargo la distribución de tamaño de poro el parámetro de más valor informativo, dado que no existe tamaño de poro unitario.

Preferentemente, por tanto, para el procedimiento novedoso se usa una membrana con una distribución de tamaño de poro a ser posible estrecha de la membrana de DO.

Como también en otros procesos de membrana es el espesor de membrana inversamente proporcional al transporte de materia y también al transporte de calor, ya que éste representa una resistencia para ambos procesos de transporte, que aumenta con el espesor de la membrana.

Básicamente es adecuado también el uso de otros materiales de membrana que se conocen por el estado de la técnica para la realización del procedimiento novedoso.

En los años pasados se sometieron a estudio por ejemplo materiales cerámicos, que contienen nanotubos de carbono y metálicos. En los inicios de la DO se sometieron a ensayo fibras de nailon y fibras de vidrio revestidas con silicona también como membranas de DO.

El uso de membranas de material compuesto delgadas, no porosas (compactas) hidrófobas para DO se describen por ejemplo en el documento DE60025256T2. Los materiales poliméricos descritos son politrimetilsililpropino (PTMSP) y perfluoro-2,2-dimetil-1,3-dioxol (Teflón AF).

Debido al contacto con en particular solución de hidróxido alcalino son adecuados en consecuencia los materiales inertes politetrafluoroetileno (PTFE) y polipropileno (PP) especialmente como material de membrana.

Las membranas sometidas a estudio con más frecuencia para los procedimientos de DO conocidos son membranas planas que se usan como módulo de placa (*plate and frame module*). Esta forma de construcción se usa preferentemente también para la realización del procedimiento novedoso. Debido al manejo especialmente sencillo, la versatilidad mediante la posibilidad de intercambio de las membranas (por ejemplo en el caso de defectos), de la construcción, instalación y mantenimiento sencillos, ofrece claras ventajas esta construcción modular. El uso de los módulos de placa ofrece ventajas además en cuanto al manejo de líquidos altamente viscosos. Además se incorporan en los módulos de placa membranas más delgadas que en módulos capilares, lo que repercute favorablemente en el transporte de sustancias.

Para la realización del procedimiento de DO novedoso son adecuados preferentemente marcos de plástico de PP. Estos marcos contienen aberturas de distintos tamaños, que en particular tras un proceso de soldadura por fricción pasan a ser canales de flujo para distintos fluidos. Los canales ofrecen, dependiendo de la configuración del marco, acceso al volumen interno de un marco o al volumen entre dos marcos. Si se sella adicionalmente una lámina o una membrana en un marco, entonces pueden crearse canales de flujo con grandes superficies para el paso del calor y materia. Si se ponen las zonas de tratamiento principal bajo vacío parcial, entonces se presanan conjuntamente los bloques mediante la presión atmosférica y se unen de manera fija. Si están previstas aberturas en las placas que cierran los bloques individuales, entonces pueden unirse entre sí los canales de flujo de dos bloques de manera interna y sin gasto adicional de entubación. El uso de módulos soldados por fricción sin el uso de adhesivos y materiales de obturación ofrece ventajas en el caso del uso de solución de hidróxido de sodio como solución extractora.

En el denominado módulo de enrollado en espiral (*spiral wound module*) adicional básicamente conocido por el estado de la técnica se usa igualmente una membrana plana. Para la DO se usa, sin embargo, raras veces esta geometría de módulo debido a la elevada tendencia a la incrustación y puede usarse por tanto de manera menos preferente en el procedimiento novedoso.

En la categoría de los módulos de membrana en forma de tubo existen para la DO convencional tanto módulos tubulares y de fibras huecas, como también capilares (véase por ejemplo: US4781837 A, WO9717128 A1, WO2001012304 A1, WO2005118114 A1). Las densidades de empaquetamiento más altas las ofrecen los módulos de fibras huecas con 3000 m^2/m^3 . Mediante diámetros de membrana pequeños de 50 a 500 μm se ensucian éstos sin embargo más fácilmente y tienden mucho más a la incrustación. Ventajas, tal como una alta estabilidad frente a la presión, una producción económica y una baja necesidad de espacio, confieren a éstos no obstante un alto potencial comercial y los convierte después de los módulos de placa en los módulos de membrana de DO usados con más frecuencia. Dado el caso se tienen en cuenta éstos para la aplicación del procedimiento novedoso.

El procedimiento de DO novedoso se realiza habitualmente bajo presión ambiente. En una forma de realización preferente asciende la presión en las distintas zonas (zona de evaporación, zona de difusión, zona de destilación) sin embargo independientemente entre sí a menos de la presión ambiente, de manera especialmente preferente a de 1 a 60 kPa.

- 5 El procedimiento se realiza habitualmente a temperatura ambiente en las distintas zonas (zona de evaporación, zona de difusión, zona de destilación). Se prefiere una realización en la que las distintas zonas (zona de evaporación, zona de difusión, zona de destilación) independientemente entre sí se mantienen a una temperatura de 10 a 80 °C de manera especialmente preferente de 20 a 60 °C.

- 10 Un procedimiento especialmente preferente está caracterizado, sin embargo, porque la temperatura en la zona de evaporación es mayor que en las zonas colindantes con la zona de evaporación, la zona de difusión y la zona de destilación. Esta variante tiene la ventaja de que una diferencia de presión de vapor más alta conduce a una tasa de evaporación más alta.

- 15 Una variante ventajosa del procedimiento novedoso consiste en que el líquido que contiene cloruro de sodio en la zona de evaporación y la solución extractora en la zona de destilación se hacen pasar uno con respecto a otro en contracorriente por delante de las respectivas membranas. Esta variante lleva la ventaja de una diferencia de presión de vapor constante entre la solución de emisión y de absorción.

La efectividad del procedimiento novedoso puede aumentar más en una realización preferente, cuando el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio fluye de manera turbulenta en el área de la zona de evaporación.

- 20 Tal como se ha descrito anteriormente se usa como líquido acuoso que contiene cloruro de sodio por ejemplo un agua residual de producción que contiene cloruro de sodio procedente de una producción de polímero.

Una realización especial del procedimiento novedoso está caracterizada según esto porque como solución extractora se usa solución de hidróxido alcalino que se extrae de un proceso de electrolisis acoplado para la electrolisis de cloruro alcalino y tras la extracción del vapor de agua se proporciona a la zona de destilación en un proceso de producción químico acoplado, en particular para la preparación de polímeros.

- 25 Ventajosamente es también otra realización del procedimiento nuevo, que está caracterizada porque el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio se extrae de un proceso de producción químico acoplado, en particular un proceso para la preparación de polímeros y tras la concentración en la zona de evaporación se proporciona a un proceso de electrolisis acoplado para la electrolisis de cloruro alcalino. Según esto puede ser necesario en particular separar de la solución salina las partes constituyentes secundarias orgánicas enriquecidas igualmente en el transcurso de la concentración, por medio de procedimientos de separación conocidos básicamente, antes de que ésta se alimente a la electrolisis.

En una realización muy especialmente preferente se combinan entre sí las dos variantes de acoplamiento distintas mencionadas anteriormente.

- 35 Las etapas de procedimiento b), c) y d) se realizan en una variante preferente del procedimiento novedoso en varios pasos, conduciéndose la solución extractora y el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio preferentemente en contracorriente. Según esto se usa al menos otra combinación de zona de evaporación, zona de difusión y zona de destilación. Así, por ejemplo, el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio más concentrado que sale de la primera zona de evaporación se concentra adicionalmente en una segunda zona de evaporación. La solución extractora más diluida que se produce en una segunda zona de destilación del segundo paso se diluye adicionalmente en contracorriente en la primera zona de destilación del primer paso mediante condensado absorbido.

- 45 Otro aspecto importante para la realización del procedimiento de DO novedoso y un factor que controla el proceso es el transporte de calor. En la DO convencional se genera el potencial impulsor para el gradiente de presión de vapor necesario mediante diferencia osmótica de las soluciones a baja temperatura. El calor latente del vapor de agua conduce durante la evaporación a un enfriamiento de la solución de alimentación (por ejemplo NaCl) y en el caso de la condensación a un calentamiento de la solución extractora (por ejemplo NaOH). Además, la dilución del NaOH con agua contribuye, debido a la entalpía de solución que se libera, igualmente al aumento de la temperatura. Este transporte de calor reduce la diferencia de presión de vapor impulsora para el transporte de sustancias.

- 50 Otro objetivo de la invención es por tanto encontrar una variante especial del procedimiento novedoso que puede solucionar el problema especial del transporte de calor.

- Una variante preferente que ahorra energía de las realizaciones mencionadas anteriormente del procedimiento novedoso con dos o más disposiciones acopladas de zona de evaporación, zona de difusión y zona de destilación está caracterizada, por tanto, porque el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio más concentrado que sale de la primera disposición de destilación osmótica de la zona de evaporación se somete a un intercambio de calor antes de la introducción en otra disposición de destilación osmótica posterior para el ajuste de la temperatura de funcionamiento.

En una variante preferente, independientemente de la forma de realización mencionada anteriormente, puede someterse a un intercambio de calor la solución extractora que sale de la primera disposición de destilación osmótica de la zona de destilación antes de la introducción en otra disposición de destilación osmótica posterior para el ajuste de la temperatura de funcionamiento.

- 5 La invención se explica en más detalle a continuación por medio de las figuras mediante los ejemplos que, sin embargo, no representan ninguna limitación de la invención.

Muestran:

- la figura 1 un corte transversal por una disposición de DVO (destilación a vacío osmótica) de acuerdo con la invención
- 10 la figura 2 una vista superior sobre una posible conexión de varios módulos de DVO con intercambiadores de calor interconectados (ejemplo de solución de alimentación y solución extractora igualmente calentada)
- la figura 3 una vista superior sobre una posible conexión de varios módulos de DVO con intercambiadores de calor interconectados (ejemplo de solución de alimentación fría y solución extractora caliente)
- 15 En las figuras tienen los números de referencia el siguiente significado:
- 1 cámara de solución extractora (zona de destilación)
 - 2 entrada para solución extractora concentrada
 - 3 salida para solución extractora diluida
 - 4 cámara de alimentación (zona de evaporación)
 - 20 5 entrada para solución de alimentación
 - 6 salida para solución de alimentación concentrada
 - 7 cámara de vapor (zona de difusión)
 - 8 dique (para drenaje)
 - 9 primera membrana para el contacto con solución extractora
 - 25 10 segunda membrana para el contacto con solución de alimentación
 - 11, 11a salida para solución extractora que pasa dado el caso a través de la membrana 9
 - 12, 12a salida para solución de alimentación que pasa dado el caso a través de la membrana 10
 - 13 conducto de vacío
 - 14, 14a intercambiador de calor
 - 30 15, 15a módulo de DVO de acuerdo con la invención total
 - 16, 16a lámina separadora de polipropileno en el intercambiador de calor 14, 14a

Ejemplos

Ejemplo 1

- 35 Un punto esencial de la invención es el uso de una disposición nueva para la separación de sustancias, la denominada destilación a vacío osmótica (módulo de DVO), para el impedimento de un mezclado de líquidos en el caos de la humectación de la membrana. El concepto de la disposición modular está representado en la figura 1. Esta disposición novedosa permite la separación de líquidos (solución de alimentación y solución extractora) con ayuda de dos membranas hidrófobas 9 y 10, entre las cuales está dispuesto un canal de vapor 7, que se ocupa también de la evacuación de líquidos eventualmente introducidos.
- 40 Para el inicio del proceso se reduce la presión del sistema con una bomba de vacío a través del conducto 13 hasta una presión de 2 kPa (20 hPa). Mediante esto puede mejorarse claramente el transporte de sustancias, dado que puede impedirse el transporte de vapor de agua mediante los poros de membrana y, en la cámara de vapor 7, mediante posibles gases inertes. Se introduce solución de alimentación (NaCl 10 % en peso, temperatura 50 °C, presión parcial de vapor de agua 11 kPa) a través de la entrada 5 en la cámara de alimentación 4. A través de la
- 45 membrana 10 con la superficie activa de 0,5 m² se proporciona vapor de agua a la cámara de vapor 7 (zona de

difusión). El flujo de vapor a través de la membrana 10 asciende a 3 kg/h·m². La solución de alimentación concentrada (NaCl 10,1 % en peso, temperatura 41 °C, presión parcial de vapor de agua 7 kPa) abandona la cámara de alimentación 4 a través de la salida 6. La solución extractora concentrada (NaOH 30 % en peso, temperatura 50 °C, presión parcial de vapor de agua 6,4 kPa) que entra en la entrada 2 absorbe vapor de agua que entra por la membrana 9 en la cámara de solución extractora 1 (zona de destilación). El flujo de vapor por la membrana 9 asciende igualmente a 3 kg/h·m². La solución extractora diluida (NaOH 29,6 % en peso, temperatura 60 °C, presión parcial de vapor de agua 10 kPa) abandona la cámara de solución extractora 1 a través de la salida 3. Un dique 8 en el canal de vapor 7 proporciona adicionalmente que no sea posible un mezclado de posible solución de alimentación y solución extractora que pasa a través de las membranas 9 o bien 10. Éstas se descargan a través de los conductos 11 y 12 por separado y dado el caso se reconducen.

Otra ventaja de la presente disposición se encuentra en que pueden usarse dos membranas 9 y 10 proporcionadas de manera distinta, dependiendo de los requerimientos de la solución de alimentación y solución extractora. Ventajosamente puede usarse una membrana 9 con las siguientes propiedades:

- capa activa: PTFE, espesor de capa aprox. 25 µm, tamaño de poro 0,2 µm, presión de penetración de agua 350 kPa;
- capa de apoyo: PP, espesor de capa aprox. 200 µm.

El calor latente de vapor de agua enfría la solución de alimentación 6 debido a la evaporación y calienta la solución extractora 3 debido a la condensación. Este transporte de calor reduce, sin embargo, la diferencia de presión de vapor impulsora para el transporte de masa.

20 Ejemplo 2

La figura 2 representa a modo de ejemplo una disposición con dos módulos acoplados 15, 15a, que se usa para una solución extractora concentrada a 50 °C y una solución de alimentación diluida a 50 °C. La disposición está constituida por dos módulos de membrana 15, 15a y dos intercambiadores de calor 14, 14a. Los intercambiadores de calor 14, 14a están configurados como piezas insertadas en forma de marco, que presentan entradas y salidas para los líquidos (solución de alimentación y solución extractora) y están cerrados lateralmente por los módulos 15, 15a o bien mediante una placa de extremo. En cada uno de los marcos de los intercambiadores de calor 14, 14a se aplican láminas 16 o bien 16a de polipropileno delgadas (aprox. 25 µm) (figura 2) que sirven como superficie intercambiadora de calor. Los intercambiadores de calor 14, 14a producidos de esta manera se moldean con los módulos de membrana de DVO 15, 15a de manera alterna para dar un bloque. El concepto innovador de realizar todas las funciones en un bloque ofrece ventajas en cuanto a la evitación de intercambiadores de calor externos adicionales y una nueva entubación. En los intercambiadores de calor 14, 14a se produce el intercambio entre la respectiva solución extractora empobrecida y la solución de alimentación enriquecida (recuperación de calor).

Las dos soluciones, solución extractora 2 y solución de alimentación 5 se conducen en contracorriente. La presión del sistema se reduce para el inicio del proceso hasta 2 kPa. La solución extractora (NaOH, 30,00 % en peso, temperatura 50 °C, 100 kg/h) entra a través de la entrada 2 en el módulo de DVO 15. La solución de alimentación (NaCl, 9,85 % en peso, temperatura 50 °C, 101,5 kg/h) entra a través de la entrada 5 en un intercambiador de calor 14a. La solución extractora abandona el módulo 15 y se conduce tras pasar por el intercambiador de calor 14 hacia la cámara extractora del módulo 15a. La solución extractora empobrecida adicionalmente que sale del módulo 15a se descarga tras el paso por el otro intercambiador de calor 14a (conducto 3). Para conseguir un intercambio de sustancias óptimo entre solución de alimentación y solución extractora se conectan una detrás de otra una pluralidad de disposiciones de dos módulos mencionadas en este ejemplo 2, encontrándose el número de disposiciones de dos módulos usadas en el orden de magnitud de 20 con un aumento de la concentración de la solución de alimentación de 100 kg/h desde el 7 % en peso al 20 % en peso. Los parámetros relevantes del proceso pueden deducirse de la tabla 1 y 2.

45 Tabla 1

Parámetros de módulos de membrana				
	Módulo 15		Módulo 15a	
	NaOH	NaCl	NaOH	NaCl
Flujo [kg/hm ²]	3	3	3	3
Superficie de membrana [m ²]	0,5	0,5	0,5	0,5
Tentrada [°C]	50,0	56,0	53,0	58,5
Tsalida [°C]	59,9	47,4	62,5	50,0

(continuación)

Parámetros de módulos de membrana				
	Módulo 15		Módulo 15a	
	NaOH	NaCl	NaOH	NaCl
Flujo másico_entrada [kg/h]	100,0	100,0	101,5	101,5
Flujo másico_salida [kg/h]	101,5	98,5	103,0	100,0
Concentración_entrada [% en peso]	30,00	10,00	29,56	9,85
Concentración_salida [% en peso]	29,56	10,15	29,13	10,00
Presión de vapor_entrada [kPa]	6,3	14	6,8	16,5
Presión de vapor_salida [kPa]	10	9,5	12	10,8
Cp [J/kgK]	3590	4180	3590	4180

Tabla 2

Parámetros de intercambiador de calor				
	Transmisor de calor 14		Transmisor de calor 14a	
	NaOH	NaCl	NaOH	NaCl
Superficie [m ²]	0,25		0,4	
k [W/m ² K]	800		800	
Tentrada [°C]	59,9	50,0	62,6	50,0
Tsalida [°C]	53,0	56,0	52,6	58,5

5

Ejemplo 3

La estructura modular es muy flexible y puede cambiarse fácilmente mediante modificación del orden de bloques de intercambiador de calor y membrana. La figura 3 representa por ejemplo una modificación de la disposición según el ejemplo 2, que está concebida para una solución extractora concentrada caliente (NaOH, 30 % en peso, temperatura 70 °C, 100 kg/h) y una solución de alimentación fría diluida (NaCl, 9,85 % en peso, temperatura 40 °C, 101,5 kg/h). En este caso se alimentan las dos soluciones 2 y 5 en primer lugar en un intercambiador de calor 14 conectado previamente al primer módulo 15 para el intercambio de calor. La solución de alimentación calentada hasta 60 °C fluye en el módulo 15a. El NaOH enfriado hasta 50 °C fluye en el módulo 15. Después se conducen las dos soluciones de manera análoga al ejemplo 2 en contracorriente por los módulos 15, 15a y el intercambiador de calor 14.

10

15

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de destilación osmótica para la concentración de un líquido acuoso que contiene cloruro de sodio, en el que el líquido presenta una concentración de hasta el 20 % en peso de cloruro de sodio, preferentemente del 2 al 18 % en peso de cloruro de sodio, que presenta al menos las siguientes etapas,
- 5 a) dado el caso purificar previamente el líquido de partes constituyentes secundarias orgánicas, en particular hasta obtener un contenido total de las partes constituyentes secundarias orgánicas de 20 ppm,
 b) introducir el líquido purificado en una primera zona como zona de evaporación (4), que está separada de una zona de difusión (7) colindante con esta primera zona (4) mediante una primera membrana (10) hidrófoba permeable al vapor de agua,
 10 c) difundir vapor de agua desde el líquido que contiene cloruro de sodio a través de la membrana (10) hacia la zona de difusión (7),
 d) difundir adicionalmente vapor de agua desde la zona de difusión (7) a través de una segunda membrana (9) hidrófoba permeable al vapor de agua hacia una zona de destilación (1) colindante con la zona de difusión (7) y absorber el vapor de agua en una solución extractora, que se intercambia de manera continua en la zona de
 15 destilación (1).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** como solución extractora se usa una solución de hidróxido alcalino concentrada, en particular solución de hidróxido de sodio concentrada, preferentemente con una concentración de hidróxido alcalino, de manera especialmente preferente de NaOH del 10 % en peso al 50 % en peso, preferentemente del 15 % en peso al 35 % en peso, de manera especialmente preferente del 20 % en peso al
 20 33 % en peso.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** la zona de difusión (7) presenta un drenaje (11, 8, 12) para la evacuación de líquido y condensado cargado en particular con aniones perturbadores, en particular preferentemente con aniones cloruro o dado el caso de líquido que pasa a través de las membranas (9) y (10) hacia la zona de difusión (7) o se descarga solución extractora de la zona de difusión (7).
- 25 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio es un agua residual de producción procedente de un procedimiento para la preparación de polímeros, en particular para la preparación de policarbonato o productos previos de poliuretano.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la primera (10) y la segunda membrana (9) independientemente entre sí se basan en un polímero hidrófobo, en particular en polipropileno y/o
 30 politetrafluoroetileno (PTFE).
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** las distintas zonas: zona de evaporación (4), zona de difusión (7), zona de destilación (1) se mantienen independientemente entre sí con una presión normal o presión reducida, en particular con una presión de 1 a 60 kPa.
- 35 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** las distintas zonas: zona de evaporación (4), zona de difusión (7), zona de destilación (1) se mantienen independientemente entre sí a una temperatura de 10 a 80 °C, de manera especialmente preferente de 20 a 60 °C.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, **caracterizado porque** la temperatura en la zona de evaporación (4) es mayor que en las zonas colindantes, la zona de difusión (7) y la zona de destilación (1).
- 40 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** el líquido que contiene cloruro de sodio en la zona de evaporación (4) y la solución extractora en la zona de destilación (1) se hacen pasar uno con respecto a otro en contracorriente por delante de las respectivas membranas (9) o bien (10).
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio fluye de manera turbulenta en el área de la zona de evaporación (4).
- 45 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** los módulos en contacto con los líquidos de proceso en las zonas: zona de evaporación (4), zona de difusión (7), zona de destilación (1) están unidos entre sí uno debajo del otro por medio de unión por adherencia de materiales, en particular mediante soldadura por fricción o soldadura por láser, de manera especialmente preferente mediante soldadura por fricción, en particular sin uso de adhesivos o sustancias adherentes.
- 50 12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** la solución extractora es solución de hidróxido alcalino y se extrae de un proceso de electrolisis acoplado para la electrolisis de cloruro alcalino y tras la absorción del vapor de agua en la zona de destilación (1) se proporciona a un proceso de producción químico acoplado, en particular para la preparación de polímeros.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado porque** el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio se extrae de un proceso de producción químico acoplado, en particular un proceso para la

preparación de polímeros y tras la concentración en la zona de evaporación (4) se proporciona a un proceso de electrolisis acoplado para la electrolisis de cloruro alcalino.

5 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** las etapas de procedimiento b), c) y d) se realizan en varios pasos, aplicándose al menos otra combinación de zona de evaporación (4), zona de difusión (7), zona de destilación (1).

10 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado porque** el líquido que sale de la primera zona de evaporación (4) en una primera disposición de zona de evaporación (4), zona de difusión (7), zona de destilación (1) se somete en al menos otra disposición conectada posteriormente de zona de evaporación (4), zona de difusión (7), zona de destilación (1) de nuevo a las etapas de procedimiento b) y c) y la solución extractora diluida que sale de la segunda zona de destilación en al menos una disposición conectada posteriormente de zona de evaporación (4), zona de difusión (7), zona de destilación (1) se usa para la realización de la etapa d) en la primera disposición de zona de evaporación (4), zona de difusión (7), zona de destilación (1).

15 16. Procedimiento según la reivindicación 15, **caracterizado porque** el líquido acuoso que contiene cloruro de sodio más concentrado que sale de la primera disposición de destilación osmótica de la zona de evaporación (4) se somete a un intercambio de calor antes de la introducción en otra disposición de destilación osmótica posterior para el ajuste de la temperatura de funcionamiento.

20 17. Procedimiento según la reivindicación 15 o 16, **caracterizado porque** la solución extractora que sale de la primera disposición de destilación osmótica de la zona de destilación (1) se somete a un intercambio de calor antes de la introducción en otra disposición de destilación osmótica posterior para el ajuste de la temperatura de funcionamiento.

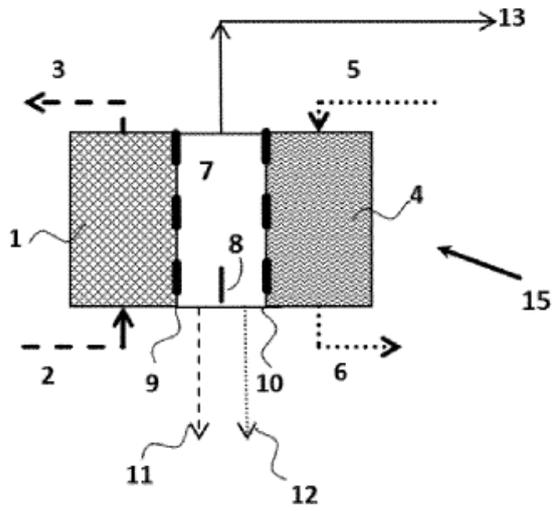


Fig. 1

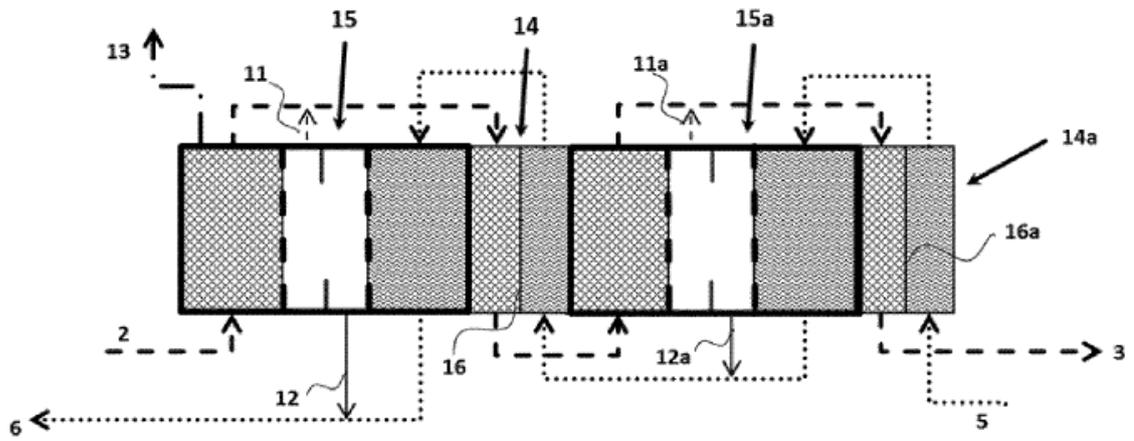


Fig. 2

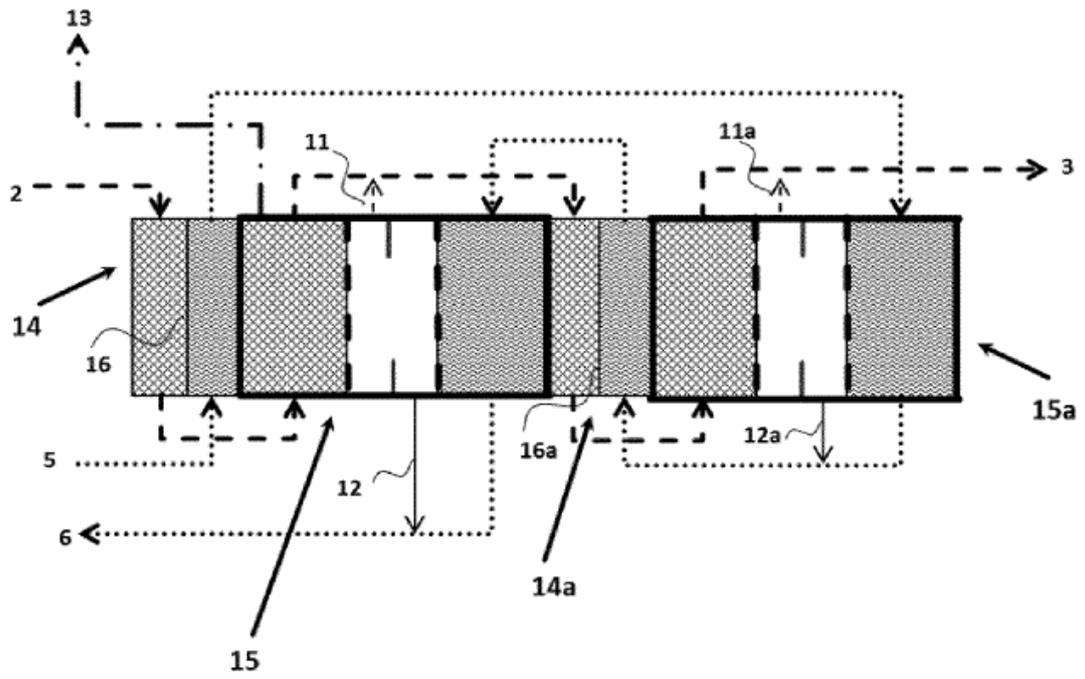


Fig. 3