

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 777 073**

51 Int. Cl.:

C01D 3/06 (2006.01)

C01D 3/24 (2006.01)

C01D 3/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.07.2013 PCT/EP2013/064577**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.01.2014 WO14009411**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.07.2013 E 13736550 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.01.2020 EP 2872446**

54 Título: **Composición salina fluida preparada por cristalización por evaporación**

30 Prioridad:

12.07.2012 EP 12176201
08.08.2012 US 201261680811 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.08.2020

73 Titular/es:

NOURYON CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.
(100.0%)
Velperweg 76
6824BM Arnhem, NL

72 Inventor/es:

SPIJKMAN, FRITS y
BERGEVOET, ROBERTO ALOYSIUS GERARDUS
MARIA

74 Agente/Representante:

DÍAZ DE BUSTAMANTE TERMINEL, Isidro

ES 2 777 073 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

Composición salina fluida preparada por cristalización por evaporación.

5 La presente invención se refiere a un proceso para preparar sal (cloruro de sodio) de alta fluidez.

Se ha descubierto que existe una relación entre la estructura de la red cristalina y la fluidez de los cristales de sal. El objetivo de la presente invención es proporcionar cristales de sal que tengan buena fluidez.

La técnica anterior no falla en los intentos de proporcionar cristales de sal fluidos.

10 El documento GB-A-822 893 desvela un método para preparar cristales de sal comunes sin apelmazamiento. El método consiste en añadir salmuera purificada o no purificada a partir de 1 a 500 ppm, en particular 5 ppm en peso, de salmuera, de copolímeros resinosos que contienen grupos carboxilo que se disocian para dar polianiones y evaporar la salmuera. Este copolímero puede ser un copolímero de acetato de vinilo con anhídrido maleico o con una sal de ácido maleico. Los cristales obtenidos se describen como cristales de cara hueca o cristales hexagonales y se menciona que incluso se pueden obtener cristales esféricos. El documento GB-A-822 893 enseña que los cristales de sal que no son propensos a apelmazarse deben ser irregulares.

15 El documento WO 03 006 377 desvela un proceso de cristalización por evaporación para obtener cristales de NaCl húmedos mediante la adición de más de 10 ppm de un inhibidor del crecimiento de cristales para obtener cristales de NaCl para su uso en una célula de electrólisis de membrana.

20 El documento JP-A-1 145 319 desvela la adición de 5 a 1000 ppm de hexametáfosfato de sodio a una solución saturada o aproximadamente saturada que contiene sal purificada o sal ordinaria para formar cristales de octaédricos a tetradecaédricos altamente fluidos. En los ejemplos, se añaden 10 ppm y 100 ppm de hexametáfosfato de sodio a una solución salina y se obtienen cristales octaédricos.

25 El documento JP-A-1 145 320 desvela la adición de 50 a 1000 ppm de poliácrlato a una solución saturada o aproximadamente saturada que contiene sal purificada o sal ordinaria para formar cristales octaédricos a tetradecaédricos altamente fluidos. En los ejemplos, se añaden 80 ppm y 150 ppm de poliácrlato de sodio a una solución salina y se obtienen cristales octaédricos.

30 El documento EP-A-1 022 252 desvela la fabricación de cristales de sal que tienen una fluidez libre mejorada mediante la adición de polimetáfosfato de sodio (NaPO_3)_x a una solución de sal cruda transparente y caliente que alcanza la cristalización para lograr un cristalizado de grano uniforme con el fin de reducir la tendencia al apelmazamiento. Se añade (NaPO_3)_x en una cantidad suficiente para obtener un contenido de < 1 ppm de polimetáfosfato de sodio basándose en la cantidad de sal seca.

El objetivo de la presente invención es proporcionar un proceso adicional para producir sal, usando bajas cantidades de un aditivo mientras se obtienen cristales de sal que muestran buenas características de fluidez.

35 Por lo tanto, la presente invención se refiere a un proceso de cristalización por evaporación para preparar composiciones salinas, que incluye una etapa en la que se forma un licor madre que contiene (i) agua y (ii) la sal a cristalizar, y (iii) 1-5 ppm (mg/kg) de un aditivo, basándose en el peso del licor madre, siendo dicho aditivo un polímero acrílico soluble en agua, y una etapa adicional de evaporación del agua para formar la sal cristalizada. Los intervalos más preferidos para el aditivo son: 1,5-5 ppm, 2-5 ppm, 2,5-5, 3-5 ppm, 3,5-5 ppm, 4-5 ppm, 4,5-5 ppm, 1,5-4,5 ppm, 2-4,5 ppm, 2,5-4,5 ppm, 3-4,5 ppm, 3,5-4,5 ppm, 4-4,5 ppm, 1,5-4 ppm, 2-4 ppm, 2,5-4, 3-4 ppm, 3,5-4 ppm, 1,5-3 ppm, 2-3 ppm y 2,5-3 ppm. La sal cristalizada resultante muestra una buena fluidez, lo que significa un ángulo de aproximación de menos de 38°, preferentemente de menos de 35°. Esta fluidez es mejor que la obtenida con cristales de forma cúbica (6 caras cuadradas) u octaédrica (ocho caras).

Además, la pureza química de los cristales sigue siendo suficiente para permitir su uso en las células de electrólisis de membrana.

45 Sin desear quedar ligados a teoría alguna, esta fluidez mejorada podría ser causada por la formación misma de al menos un 50 % de cristales de forma tetradecaédrica. Un cristal de forma tetradecaédrica es un cristal de 14 caras. Se puede describir como que tiene una forma casi esférica (también conocida como forma globular) o una forma que se aproxima a una esfera. Dado que las partículas con forma esférica o las partículas con forma globular tienen una fluidez mejorada en comparación con las de forma cúbica u octaédrica, una sal cristalizada de acuerdo con la invención tiene características de flujo mejoradas.

50 Los aditivos son polímeros acrílicos solubles en agua. El polímero acrílico soluble en agua de acuerdo con la invención es un polímero derivado de subunidades repetidas de (i) monómeros de ácido acrílico o sus derivados o

(ii) dos (o más) especies monoméricas, en donde un monómero es ácido acrílico o uno de sus derivados (copolímero). El polímero acrílico de acuerdo con la invención significa además tanto la forma ácida como la sal. El polímero acrílico es, preferentemente, un copolímero de ácido acrílico y ácido maleico, y/o sus sales. Un polímero acrílico soluble en agua que se usará de acuerdo con la invención se define como soluble en agua cuando forma una solución en agua (agua destilada) que contiene al menos 10 gramos de polímero acrílico por litro de agua (agua destilada) a una temperatura de 25 °C y una presión de 1 bar. El polímero acrílico puede contener además grupos fosfato, fosfonato, fosfino, sulfato y/o sulfonato. Los ejemplos son los polímeros acrílicos de ácido fosfino carboxílico y los polímeros acrílicos de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico (AMPS). El polímero acrílico tiene, preferentemente, un peso molecular promedio en peso (Mw) de aproximadamente 1000 hasta e incluyendo aproximadamente 15000.

En una planta de cristalización típica, el licor madre de salmuera (casi) saturada se alimenta a los llamados cristalizadores. En un cristalizador, los cristales de sal se forman debido a la eliminación del agua por evaporación del agua. Una planta de cristalización puede consistir en un cristalizador o en más de un cristalizador en serie (planta de efectos múltiples). En una planta de efectos múltiples, el licor madre restante de un cristalizador se alimenta al siguiente junto con, si es necesario, salmuera fresca (casi) saturada. La suspensión de sal puede eliminarse de los cristalizadores en la línea por medio de ciclones y/o elutriación.

Después de la cristalización de la sal, la sal se puede lavar y/o secar. La sal se puede secar completamente o solo parcialmente. Si la sal se seca solo parcialmente, se produce una sal húmeda.

El término sal húmeda se usa para denominar "principalmente cloruro de sodio" que contiene una cantidad sustancial de agua. Más particularmente, es una sal que contiene agua de la cual más del 50 % en peso consiste en NaCl. Preferentemente, dicha sal contiene más del 90 % en peso de NaCl. Más preferentemente, la sal contiene más del 92 % de NaCl, mientras que una sal que es esencialmente NaCl y agua es la más preferida. La sal húmeda contendrá más del 0,5 %, preferentemente más del 1,0 %, más preferentemente más del 1,5 % en peso de agua. Preferentemente contiene menos del 10 % en peso, más preferentemente menos del 6 % en peso y de la manera más preferente menos del 4 % en peso de agua. Normalmente, la sal contendrá un 2-3 % de agua. Todos los porcentajes en peso dados se basan en el peso de la composición total.

La sal (húmeda) resultante del proceso de la presente invención puede usarse adecuadamente en electrólisis usando, por ejemplo, una célula de electrólisis de membrana. Otras ventajas son la contaminación mínima de la sal con compuestos orgánicos. La sal resultante es muy adecuada para su uso en la producción de cloro.

30 EJEMPLOS

Ejemplo de preparación (comparativo)

Se calentaron 1500 gramos de salmuera de una fuente natural hasta ebullición en un evaporador de vacío a una presión de 160 mbares. La evaporación se detuvo cuando se recibieron aproximadamente 700 ml de agua en una botella de vidrio receptora. La suspensión de sal se filtró y posteriormente se lavó en un filtro con salmuera de alta pureza. Posteriormente, la sal se centrifugó y se secó en un secador de lecho fluido. Los cristales obtenidos se examinaron bajo un microscopio óptico. Los cristales obtenidos tenían forma cúbica. Una muestra aleatoria de los cristales obtenidos se muestra en la figura 1.

Ejemplo 1 [comparativo]

Se preparó una solución madre de 1,2 gramos de Acumer 4300 (una solución acuosa al 50 % de un copolímero maleico acrílico con Mw = 2000) y 47,5 gramos de agua. Se añadieron 4,8 gramos de esta solución a 3.000 gramos de salmuera, dando como resultado 20 ppm de copolímero en la salmuera. Se calentaron 1.500 gramos de esta salmuera en un evaporador como en el ejemplo de preparación (comparativo) hasta que se recibieron 700 ml de condensado. Los cristales obtenidos se examinaron bajo un microscopio óptico y se observó que aproximadamente el 80 % de los cristales eran octaedros. Los cristales restantes tenían forma tetradecaédrica (14 caras). Una muestra aleatoria de los cristales obtenidos se muestra en la figura 2.

Ejemplo 2 [comparativo]

Se repitió el ejemplo 1, excepto que se añadieron 1,9 gramos de la solución acuosa Acumer 4300 a 3.015 gramos de salmuera, dando como resultado 8 ppm de polímero en la salmuera. Más del 70 % de los cristales obtenidos tenían forma octaédrica. Una muestra aleatoria de los cristales obtenidos se muestra en la figura 3.

Ejemplo 3 [de acuerdo con la invención]

Se repitió el ejemplo 1, excepto que se añadieron 0,971 gramos de la solución acuosa Acumer 4300 a 2.999 gramos de salmuera, dando como resultado 4 ppm de polímero en la salmuera. Más del 50 % de los cristales obtenidos tenían forma tetradecaédrica. Una muestra aleatoria de los cristales obtenidos se muestra en la figura 4.

Ejemplo 4 [de acuerdo con la invención]

Se repitió el ejemplo 1, excepto que se añadieron 0,483 gramos de la solución acuosa Acumer 4300 a 3.004 gramos de salmuera, dando como resultado 2 ppm de polímero en la salmuera. Más del 50 % de los cristales obtenidos tenían forma tetradecaédrica. Una muestra aleatoria de los cristales obtenidos se muestra en la figura 5.

5 Ejemplo 5 [de acuerdo con la invención]

10 Se preparó una solución madre de 0,53 gramos de Acumer 1051 (una solución acuosa al 43 % de un polímero acrílico neutralizado con $M_w = 2000-2300$) y 99,56 gramos de agua. Se añadieron 0,66 gramos de esta solución a 1723 gramos de salmuera, dando como resultado 1 ppm de polímero acrílico en la salmuera. Esta salmuera se calentó hasta ebullición en un evaporador de vacío a una presión de 160 mbares. La evaporación se detuvo cuando se recibieron aproximadamente 1011 gramos de agua en una botella de vidrio receptora. La suspensión de sal se filtró y posteriormente se lavó en un filtro con salmuera de alta pureza. Posteriormente, la sal se centrifugó. Los cristales obtenidos se examinaron bajo un microscopio óptico. Más del 50 % de los cristales obtenidos tenían forma tetradecaédrica.

Ejemplo 6 [de acuerdo con la invención]

15 Se preparó una solución madre de 1,00 gramos de Acumer 1050 (una solución acuosa al 50 % de un polímero acrílico con $M_w = 2000-2300$) y 99,01 gramos de agua. Se añadieron 1,86 gramos de esta solución a 1859 gramos de salmuera, dando como resultado 5 ppm de polímero acrílico en la salmuera. Esta salmuera se calentó hasta ebullición en un evaporador de vacío a una presión de 160 mbares. La evaporación se detuvo cuando se recibieron aproximadamente 839 gramos de agua en una botella de vidrio receptora. La suspensión de sal se filtró y posteriormente se lavó en un filtro con salmuera de alta pureza. Posteriormente, la sal se centrifugó y se secó en un secador de lecho fluido. Los cristales obtenidos se examinaron bajo un microscopio óptico. Más del 50 % de los cristales obtenidos tenían forma tetradecaédrica. Los cristales restantes tenían forma octaédrica. Una muestra aleatoria de los cristales obtenidos se muestra en la figura 6.

Ejemplo de prueba

25 En primer lugar, este ejemplo muestra el efecto de la adición de 2,6 ppm de polímero acrílico sobre la fluidez de la sal así producida (de acuerdo con la invención), en comparación con la sal no tratada (cristales de forma cúbica). La sal no tratada (cristales de forma cúbica) se preparó de acuerdo con el ejemplo de preparación (comparativo), y en lo sucesivo también se denomina la sal de referencia.

30 El polímero acrílico Acumer 1050 disponible en el mercado ($M_w = 2000-2300$, solución acuosa al 50 % en peso) se añadió a una salmuera de alimentación saturada en una cantidad de 2,05 litros por 400 m³. La concentración efectiva fue, por lo tanto, 2,6 ppm de polímero. Más del 50 % de los cristales obtenidos tenían forma tetradecaédrica. La prueba en planta duró 28 horas, durante las cuales se prepararon aproximadamente 2500 toneladas de sal. La sal se lavó con salmuera y agua y se secó parcialmente en una centrífuga.

Las propiedades de flujo de esta sal se midieron como sigue y se compararon con la sal de referencia.

35 La primera muestra de sal de referencia (muestra 1 (sal de referencia)) se tomó antes de añadir el aditivo a la salmuera de alimentación saturada. Posteriormente, se tomaron dos muestras de sal producida con la adición del aditivo a la salmuera de alimentación saturada (muestras 2 y 3 (2,6 ppm)). Se tomó una segunda muestra de referencia de sal producida a partir de entonces, que se produjo nuevamente sin ninguna adición del aditivo a la salmuera de alimentación saturada, produciendo así nuevamente la sal de referencia (muestra 4 (sal de referencia)).
40 Muestras aleatorias de los cristales obtenidos se muestran en las figuras 7 a 10.

Los resultados se muestran en la tabla 1.

45 La fluidez se puso a prueba midiendo el ángulo crítico de aproximación y la anchura de separación usando equipos de laboratorio. El ángulo crítico de aproximación es el ángulo $\alpha_{1,2}$ como se muestra en la figura 11. El ángulo crítico de aproximación es un parámetro importante para los polvos a granel porque es una medida de la facilidad de flujo de un polvo durante la manipulación y el almacenamiento. El ángulo crítico de aproximación cayó de 38° para la sal de referencia seca, de forma cúbica, a 34,5° para la composición de sal seca de acuerdo con la presente invención que contiene 2,6 ppm de polímero acrílico. Esta es una mejora bastante significativa en la fluidez. La anchura de separación indica a qué tamaño de separación comienza a fluir el polvo. Es una medida de la capacidad de los polvos para formar puentes durante el almacenamiento a granel como consecuencia de la mala fluidez, cuanto menor es la separación, mayor es la fluidez. La anchura de separación cayó de 3 a 2 mm. Esta es una mejora significativa.

50 Se realizó otra prueba para medir la fricción interna de la sal. Usando una celda de cizalla de Jenike, se midió el ángulo de fricción interna. En una celda de cizalla de Jenike, se aplica una fuerza vertical a una cantidad de polvo. Luego se aplica una fuerza al lado de la muestra. La fuerza aumenta con un electromotor hasta que el polvo comienza a deslizarse. Se registra la fuerza necesaria para empujar el polvo hacia los lados y depende de la fuerza
55

5 aplicada verticalmente. Al medir la fuerza requerida para varias fuerzas verticales y hacer un gráfico de los resultados, se obtiene una línea casi recta con una pendiente que es una medida de la fricción interna del polvo. Cuanto más bajo es el ángulo de fricción, más fácilmente fluye el polvo a granel bajo la tensión de su propio peso. El ángulo de fricción promedio de la sal de referencia húmeda fue de 49°, mientras que para la composición de sal húmeda de acuerdo con la presente invención tuvo un ángulo de fricción promedio de 42,5°. Esto demuestra claramente la mejor fluidez de la composición de sal húmeda de acuerdo con la presente invención.

10 Se almacenaron pilas de 25 toneladas de sal húmeda en un almacén seco después del tratamiento con un material antiapelmazante. Periódicamente, se realizaron pruebas para medir la fluidez de la sal almacenada. Esta estabilidad en almacenamiento se determinó mediante una prueba de penetración con un taladro de tierra operado manualmente equipado con un medidor de torsión. El taladro se introdujo manualmente en la pila de sal por rotación. A una profundidad específica, la resistencia a la rotación se volvió más alta que el valor preestablecido del medidor de torsión y el medidor de torsión comenzó a deslizarse. Se registró la profundidad de penetración en ese punto y es una medida de la resistencia de un polvo a granel a la penetración, por ejemplo, de una retroexcavadora o una pala cargadora. El valor para la penetración después de 9 días de almacenamiento con un valor predeterminado para el medidor de torsión de 12,5 Nm aumentó de 9,9 cm para la sal de referencia a 33 cm para la composición de sal de acuerdo con la presente invención. Esta es una mejora significativa.

20 Los resultados de las diferentes pruebas de fluidez se resumen en la tabla 2. Los valores en la tabla 2 son el promedio numérico de las muestras 1 y 4 y las muestras 2 y 3, respectivamente. Todas las pruebas demuestran claramente que la capacidad de fluir de una composición de sal de acuerdo con la presente invención es superior en comparación con la sal no tratada. Los otros ejemplos de acuerdo con la invención producen resultados similares.

Tabla 1

	Muestra 1 Sal de referencia	Muestra 2 (2,6 ppm)	Muestra 3 (2,6 ppm)	Muestra 1 Sal de referencia
Ángulo de aproximación (después del secado)	38°	34,5°	34,5°	38°
anchura de separación	3 mm	2 mm	2 mm	3 mm

Tabla 2

	Sal de referencia (número promedio de muestras 1 y 4) Cristales de forma cúbica	Sal tratada con 2,6 ppm de polímero acrílico (número promedio de muestras 2 y 3) Cristales de forma tetradecaédrica
Ángulo de aproximación (después del secado)	38°	34,5°
Fricción interna según la prueba de Jenike (sal húmeda)	49°	42,5°
Penetración con un taladro de tierra (torsión 12,5 Nm) después de 9 días de almacenamiento de una pila de sal húmeda de 25 toneladas	9,9 cm	33 cm

25 DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Todas las figuras muestran cristales de muestras ejemplares seleccionados al azar con el fin de ilustrar adicionalmente la invención. El tamaño promedio de la muestra tomada varió, pero estaba aproximadamente en el intervalo de 5 - 250 mg. Las figuras muestran diversos números de cristales, obtenidos del ejemplo respectivo.

Figura 1 (ejemplo de preparación (comparativo))

30 La figura 1 muestra una sección aleatoria de una muestra del ejemplo de preparación comparativo (sal de

referencia), analizada bajo un microscopio óptico. Se pueden ver aproximadamente 30 cristales en la imagen. Los cristales examinados mediante microscopía óptica tienen forma cúbica. Todos los cristales en la figura 1 se aglutinan a otros cristales en al menos un lado y, por lo tanto, han formado aglomerados más grandes.

Figura 2 (ejemplo 1 [comparativo])

5 La figura 2 muestra una sección aleatoria de una muestra del ejemplo comparativo 1 (20 ppm), analizada bajo un microscopio óptico. Aproximadamente el 80 % de los cristales completamente desarrollados en la muestra tenían forma octaédrica. Más de 20 cristales se muestran en la figura 2. Los primeros signos de aglomeración se pueden encontrar en la figura 2, ya que varios cristales se aglutinan con otro cristal en al menos un lado.

Figura 3 (ejemplo 2 [comparativo])

10 La figura 3 muestra una sección aleatoria de una muestra del ejemplo comparativo 2 (8 ppm), analizada bajo un microscopio óptico. La figura 3 muestra 2 cristales con forma octaédrica completamente desarrollados. La figura 3 muestra que los cristales octaédricos no tienen forma esférica y que los cristales con forma octaédrica son bastante voluminosos.

Figura 4 (ejemplo 3 [de acuerdo con la invención])

15 La figura 4 muestra una sección aleatoria de una muestra del ejemplo 3 (4 ppm), analizada bajo un microscopio óptico. Los cristales tenían forma tetradecaédrica (cristales con 14 caras). Los siete cristales representados en la figura 4 tienen una forma globular. No hay signos de aglutinación.

Figura 5 (ejemplo 4 [de acuerdo con la invención])

20 La figura 5 muestra una sección aleatoria de una muestra del ejemplo 4 (2 ppm), analizada bajo un microscopio óptico. Se pueden ver 15 cristales completamente desarrollados en la figura 5. Más del 50 % de estos cristales completamente desarrollados tienen forma tetradecaédrica. Los cristales restantes tienen forma cúbica.

Figura 6 (ejemplo 6 [de acuerdo con la invención])

25 La figura 6 muestra una sección aleatoria de una muestra del ejemplo 6 (5 ppm), analizada bajo un microscopio óptico. Un mayor número de cristales se muestra en la figura 6. Más del 50 % de los cristales tienen forma tetradecaédrica, en otras palabras, tienen forma globular. Los cristales restantes en la figura 6 tienen forma octaédrica.

Figura 7 (ejemplo de prueba)

30 La figura 7 muestra una sección aleatoria de la muestra 1 (sal de referencia) del ejemplo de prueba, analizada bajo un microscopio óptico. Se puede ver un mayor número de cristales en la figura 7. Todos los cristales que se muestran en la figura 7 tienen forma cúbica. Casi todos los cristales en la figura 7 están aglutinados en al menos un lado y, por lo tanto, han formado aglomerados más grandes.

Figura 8 (ejemplo de prueba)

35 La figura 8 muestra una sección aleatoria de la muestra 2 (2,6 ppm) del ejemplo de prueba, de acuerdo con la invención, analizada bajo un microscopio óptico. Aproximadamente 60 cristales se muestran en la figura 8. Más del 70 % de los cristales completamente desarrollados en la figura 8 tienen forma tetradecaédrica. No se pueden encontrar aglomerados en la figura.

Figura 9 (ejemplo de prueba)

40 La figura 9 muestra una sección aleatoria de la muestra 3 (2,6 ppm) del ejemplo de prueba, de acuerdo con la invención, analizada bajo un microscopio óptico. Aproximadamente 70 cristales se muestran en la figura 9. Todos los cristales completamente desarrollados en la figura 9 tienen forma tetradecaédrica. No se pueden encontrar aglomerados en la figura.

Figura 10 (ejemplo de prueba)

45 La figura 10 muestra una sección aleatoria de la muestra 4 (sal de referencia) del ejemplo de prueba, analizada bajo un microscopio óptico. Todos los cristales que se muestran en la figura 10 tienen forma cúbica. La mayoría de los cristales en la figura 10 están aglutinados en al menos un lado y, por lo tanto, han formado aglomerados más grandes.

Figura 11 (aparato y principio de medición del ángulo crítico de aproximación)

La figura 11 muestra un dibujo esquemático del aparato y el principio de medición del ángulo crítico de aproximación. El aparato de medición (10) se muestra en un estado (I) antes de medir el ángulo. La parte

superior del aparato de medición (10), el área de llenado (11), se llena con una sal (12). El aparato de medición (10) contiene placas (14-1) y (14-2) que están montadas horizontalmente, móviles en la dirección x, en el aparato (10) y separan el área de llenado (11) de la parte inferior (13) del aparato de medición (10). El nivel de llenado de la sal (12) se indica mediante el indicador de nivel de llenado (16).

5 El estado (II) muestra el aparato de medición (10) después de la descarga de la sal desde el área de llenado (11) a la parte inferior (13) del aparato de medición (10). Se mide la anchura de separación (17) entre las placas movidas horizontalmente (14-1) y (14-2). El ángulo de aproximación $\alpha_{1,2}$ es el ángulo α que está formado por una línea de borde respectiva (18-1), (18-2), de la sal restante (20) que queda en la placa respectiva (14-1), (14-2), con una línea de borde respectiva (22-1), (22-2) de la placa respectiva (14-1), (14-2). El ángulo α se determina después de que se
 10 haya establecido la anchura de separación (17), a la que la sal comenzó a fluir. La sal restante (20) es la sal que queda en el área de llenado (11). La sal (12) que ha pasado a través de la separación entre las placas (14-1) y (14-2) forma un cono de sal (24) en la parte inferior (13) del aparato de medición (10).

15

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso de cristalización por evaporación para preparar composiciones de sal de cloruro de sodio que comprende una etapa en donde se forma un licor madre que contiene agua y la sal a cristalizar y de 1 a 5 ppm de un aditivo, basándose en el peso del licor madre, siendo dicho aditivo un polímero acrílico soluble en agua, y una etapa adicional de evaporación del agua para formar sal cristalizada.
- 10 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polímero acrílico contiene grupos sulfonato o fosfonato.
3. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polímero acrílico es un copolímero de ácido acrílico y ácido maleico, y/o sus sales.
- 15 4. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que incluye además una etapa de lavado de la sal cristalizada.
- 20 5. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que incluye además una etapa de secado de la sal cristalizada en donde la sal cristalizada se seca solo parcialmente, de modo que se produce una sal húmeda.
6. Uso de la sal resultante del proceso de un cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en un proceso de electrólisis.
- 25 7. Uso de acuerdo con la reivindicación 6, en donde el proceso de electrólisis usa una célula de electrólisis de membrana.

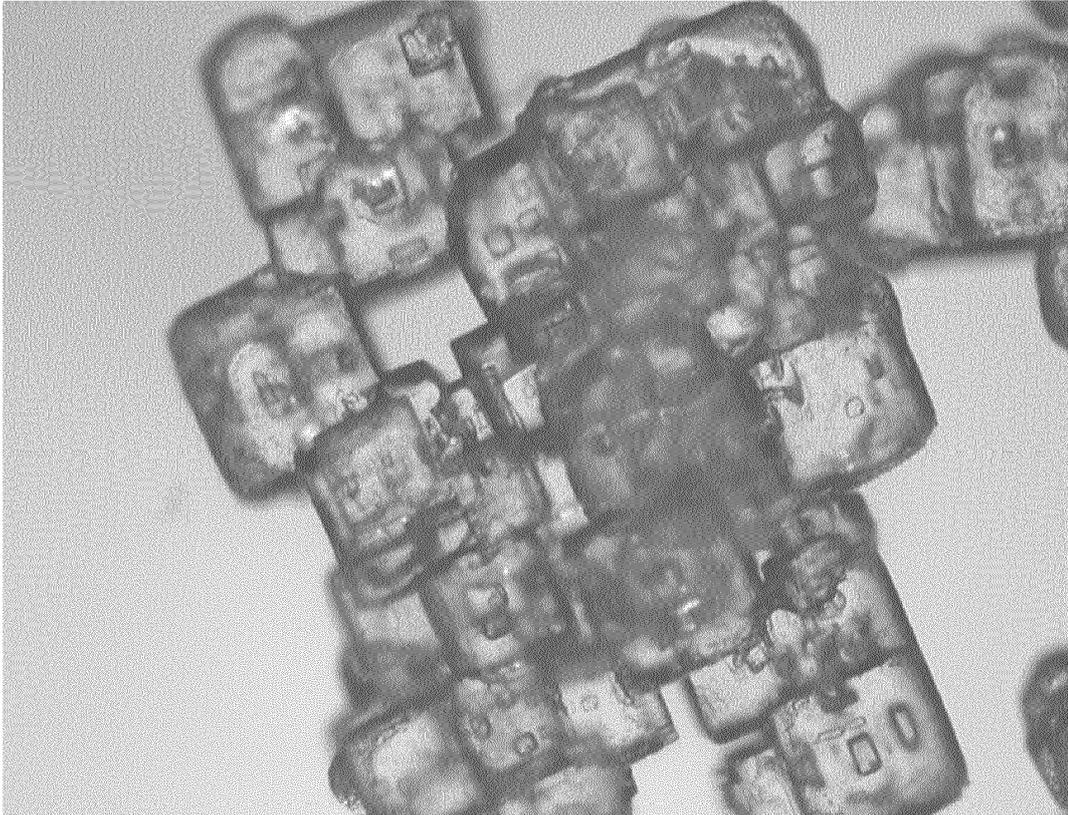


FIG. 1

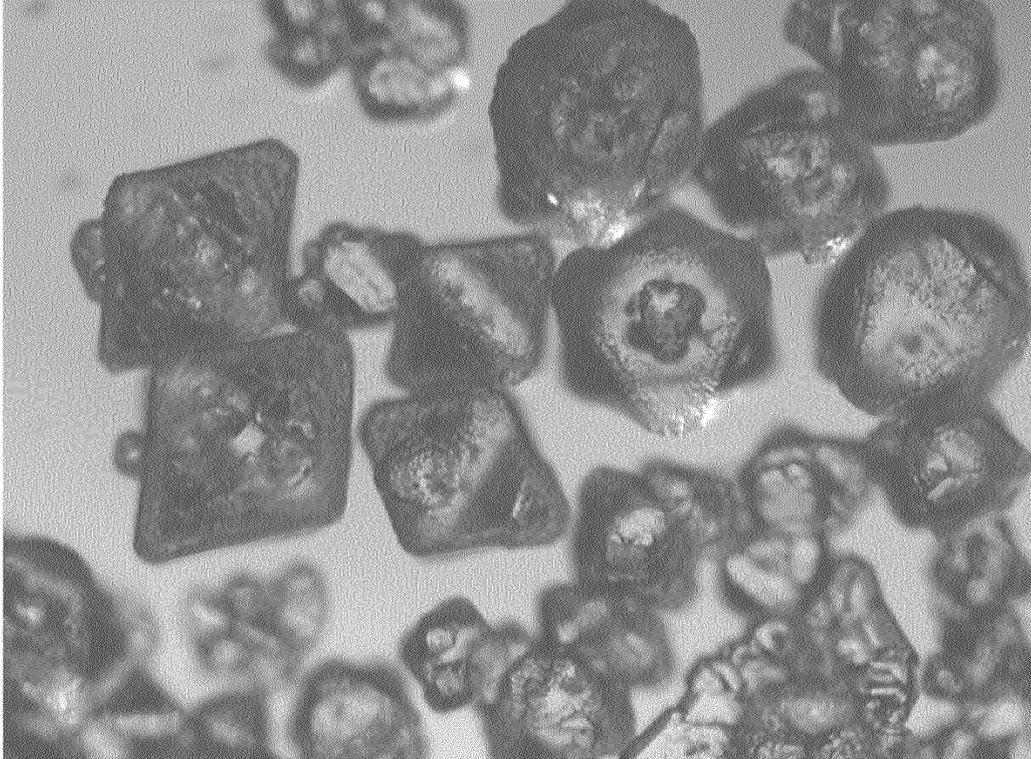


FIG. 2

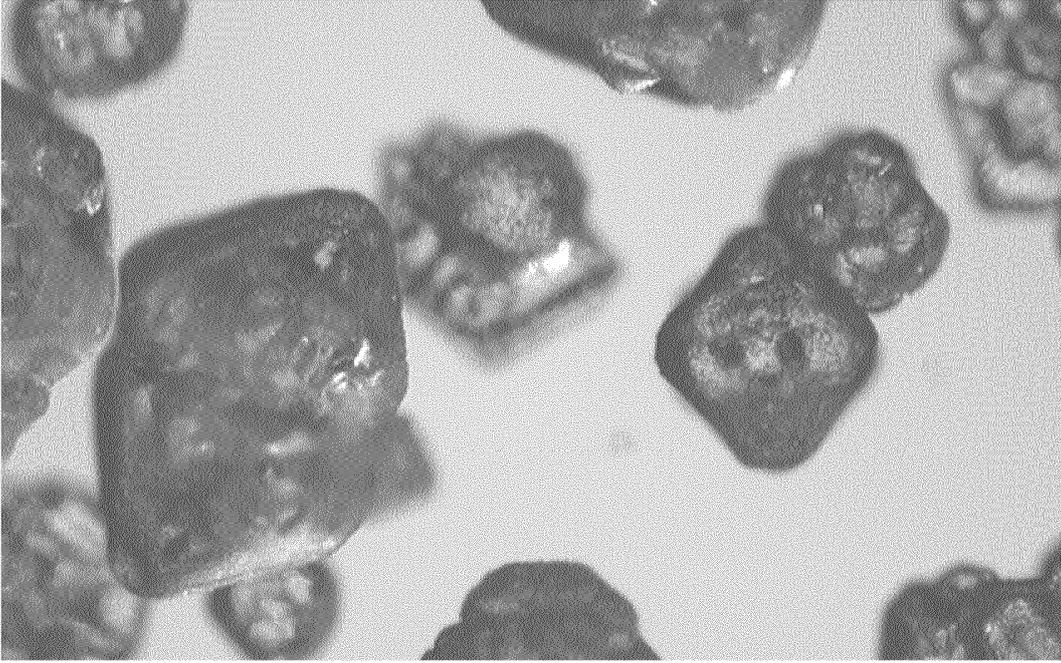


FIG. 3

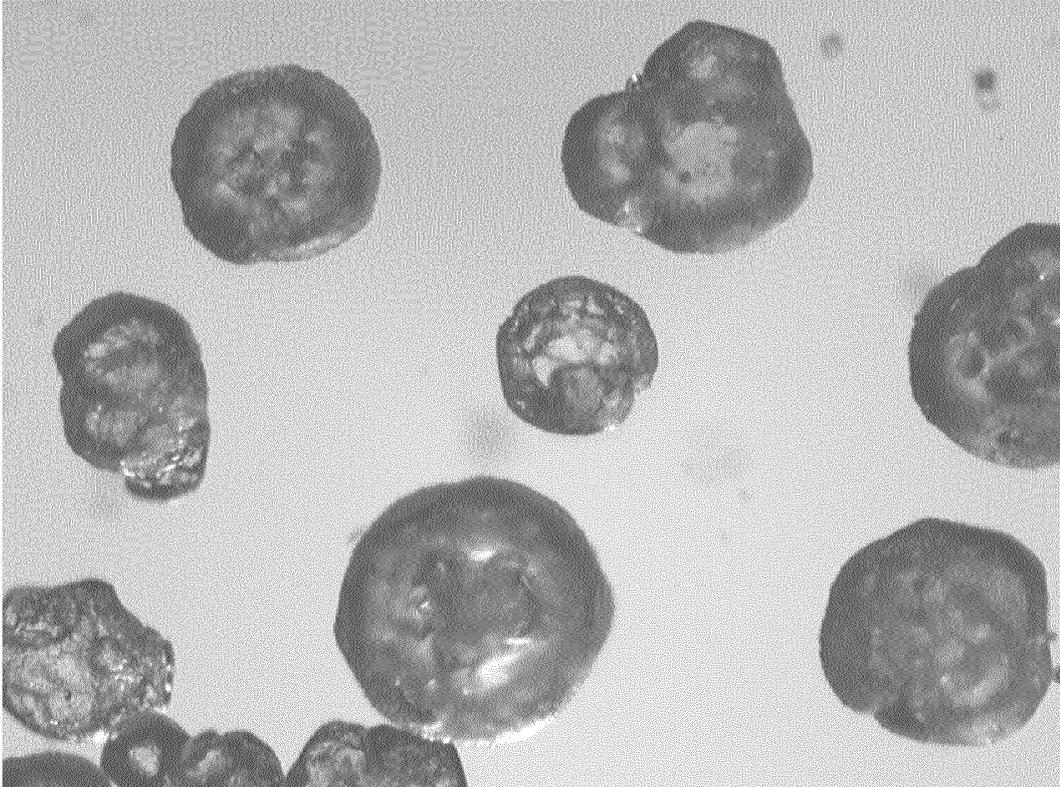


FIG. 4

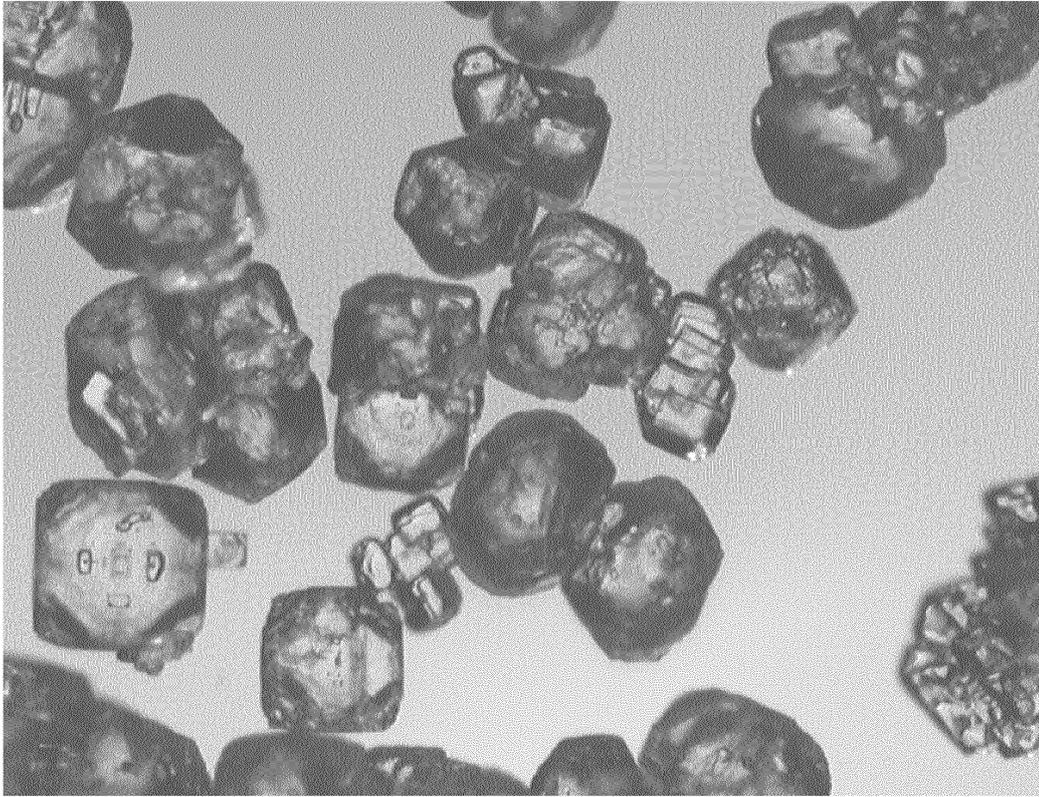


FIG. 5

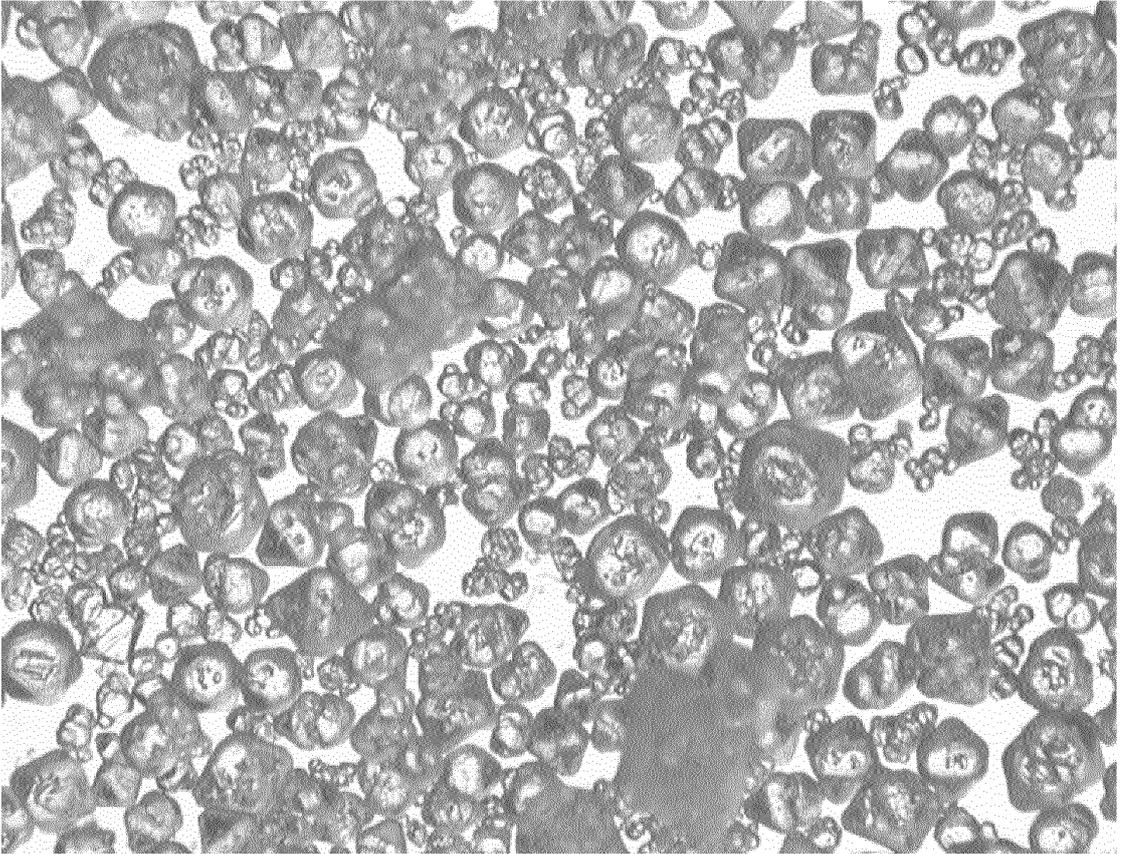


FIG. 6

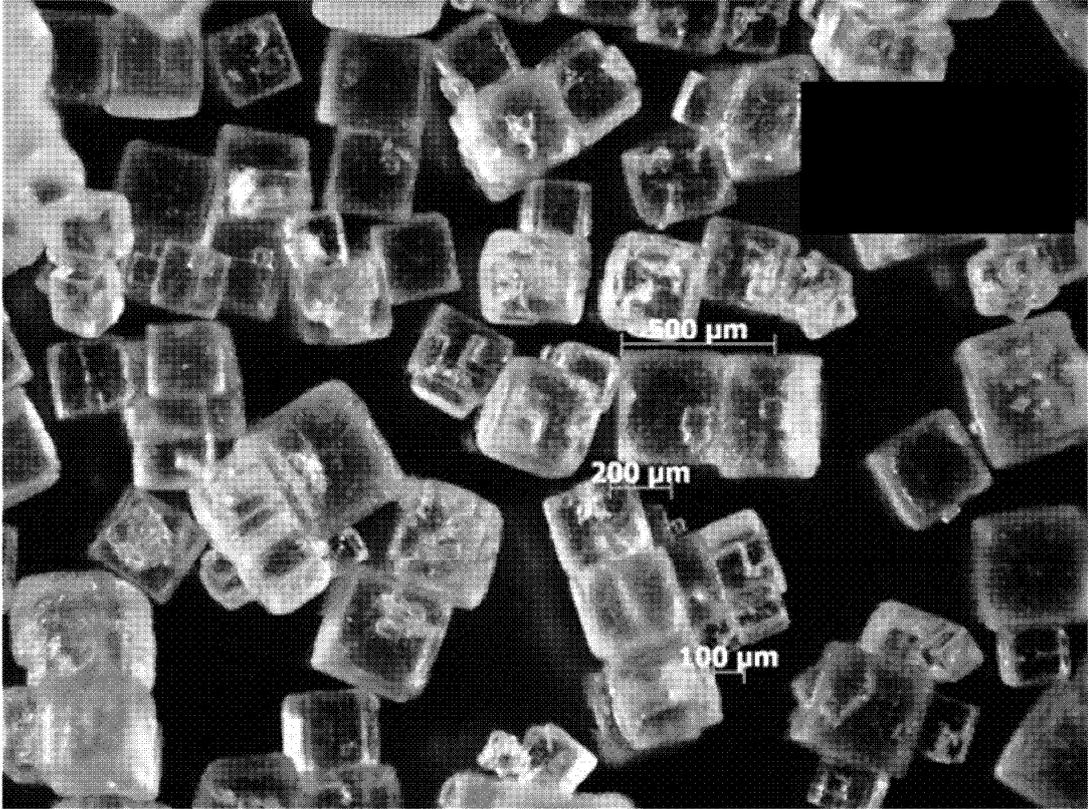


FIG. 7

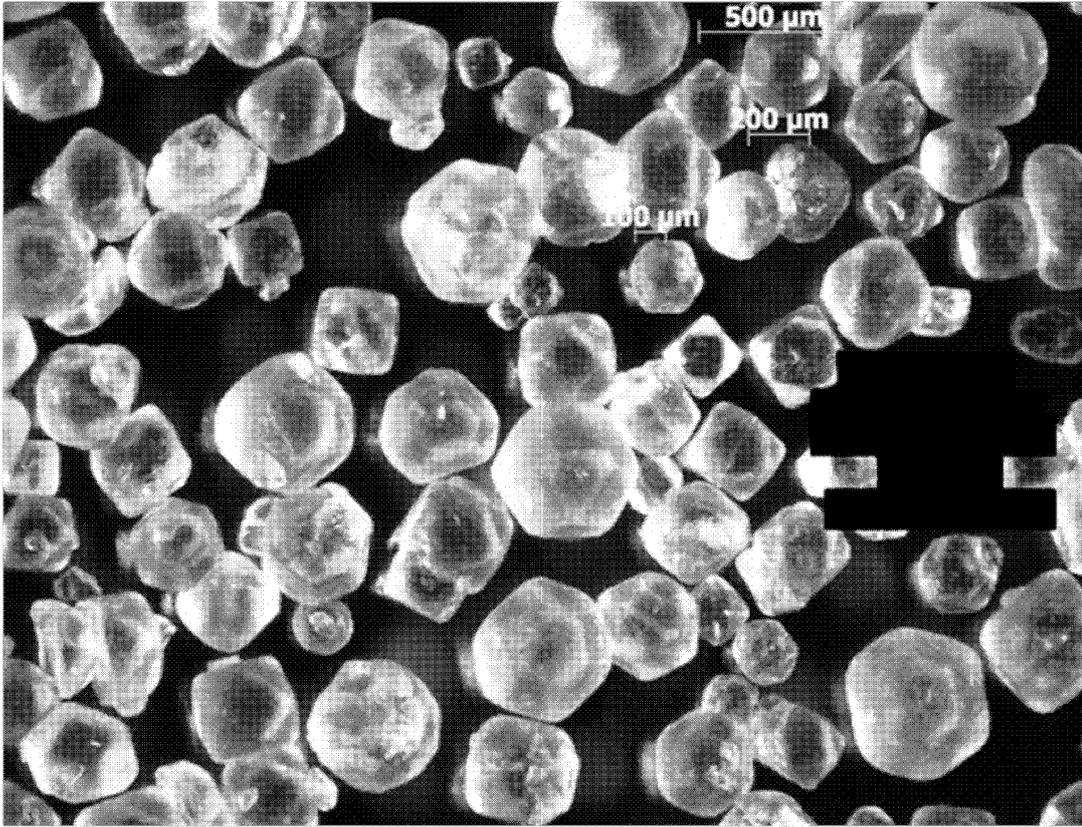


FIG. 8

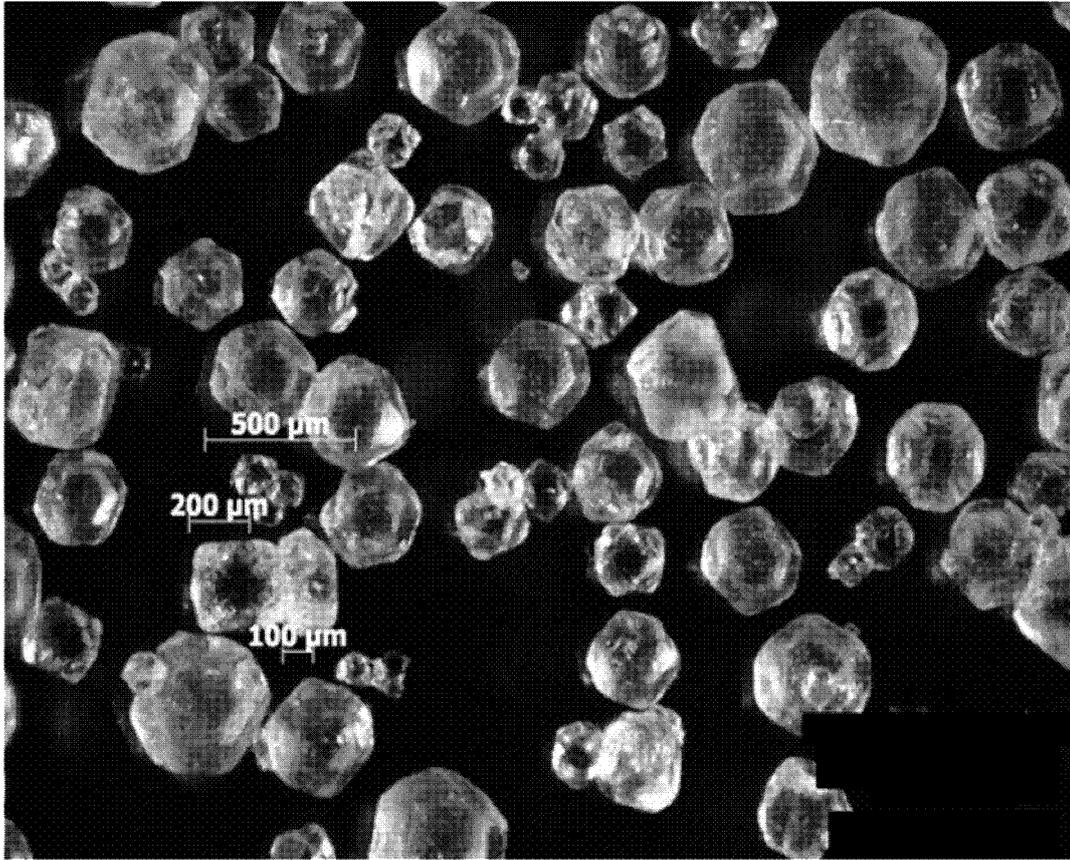


FIG. 9

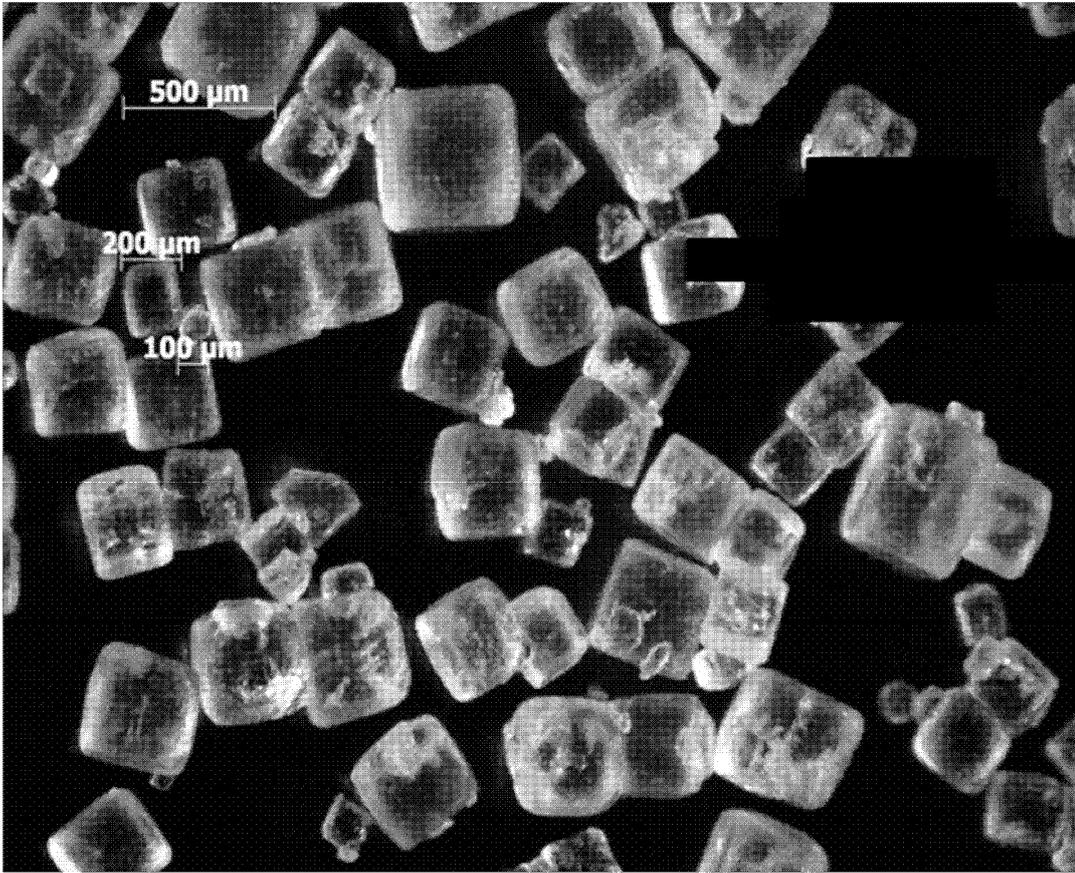


FIG. 10

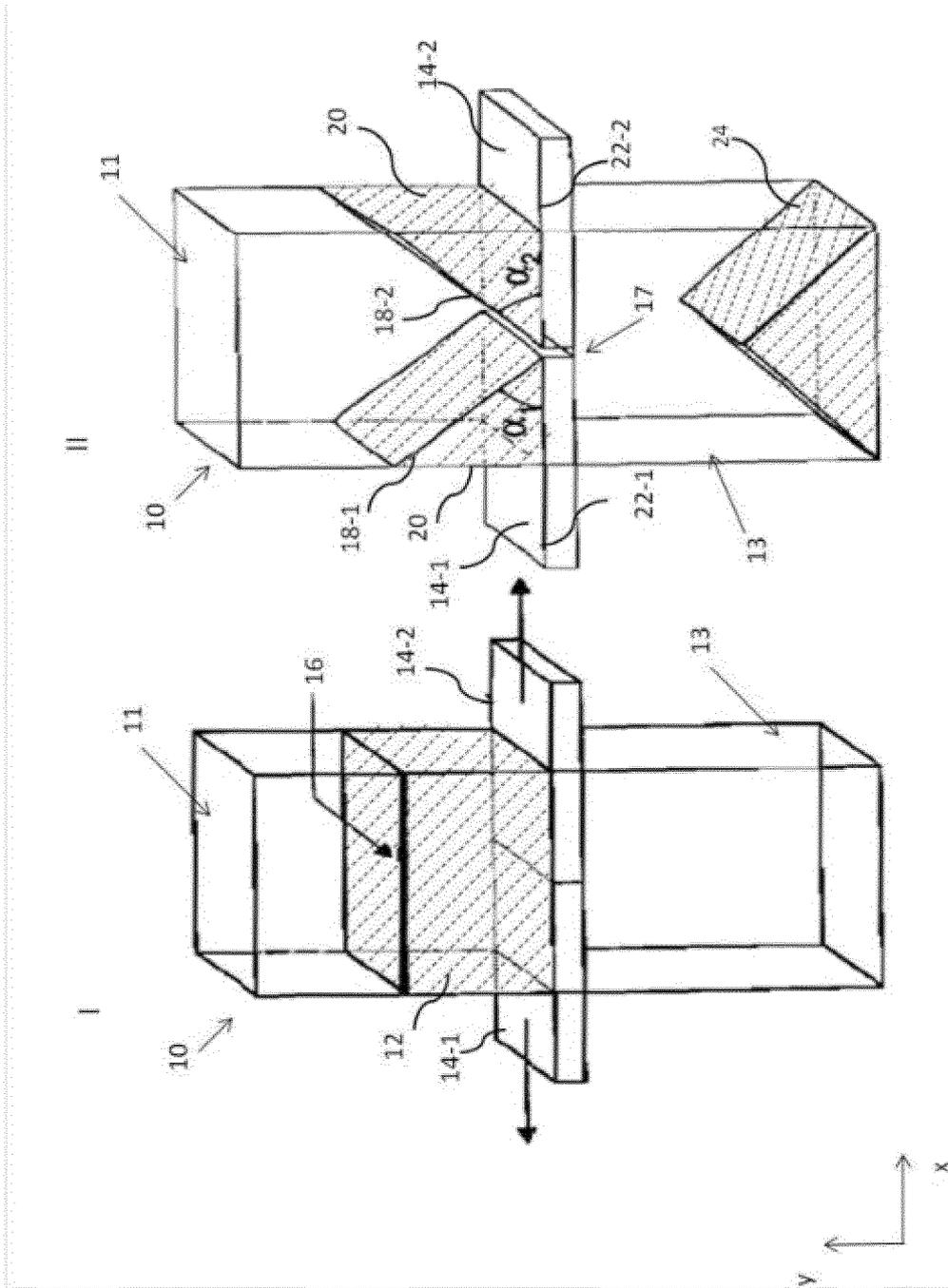


FIG. 11