

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 792 454**

51 Int. Cl.:

B01D 1/00 (2006.01)

C02F 1/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.06.2008 PCT/US2008/067964**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.12.2008 WO09002954**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.06.2008 E 08771775 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.02.2020 EP 2167208**

54 Título: **Recuperación por recompresión de vapor de componentes fluidos de proceso industrial**

30 Prioridad:

25.06.2007 US 937087 P

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

11.11.2020

73 Titular/es:

**HOUGHTON TECHNICAL CORP. (100.0%)
300 Delaware Avenue, Suite 316
Wilmington, DE 19801, US**

72 Inventor/es:

**BURKE, JOHN, MICHAEL;
WARCHOL, JOSEPH, F. y
DEMOPOLIS, TOM, N.**

74 Agente/Representante:

URÍZAR BARANDIARAN, Miguel Ángel

ES 2 792 454 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

Recuperación por recompresión de vapor de componentes fluidos de proceso industrial

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

5 **[0001]** La recompresión mecánica de vapor (MVR), también conocida como destilación por compresión de vapor, se emplea en la industria como una eficiente técnica de destilado para extraer y/o aislar el agua de las aguas residuales procedentes de procesos industriales. El uso de MVR para tratar las aguas residuales procedentes de procesos industriales permite reciclar las aguas tratadas y reducir la evacuación de residuos, haciendo posible así ahorrar en costes de saneamiento medioambiental. Además, las aguas recuperadas mediante MVR pueden reutilizarse para el mismo proceso industrial, lo cual también contribuye al ahorro de los costes.

10 **[0002]** El MVR se ha venido empleando solo o junto con la ultrafiltración (UF) para el procesado de aguas residuales procedentes de procesos industriales. Véase, Labrecque et al., Chem. Eng., February, 2004. La UF es útil para la extracción de compuestos químicos de mayor diámetro de las aguas residuales procedentes de procesos industriales.

15 **[0003]** Las patentes US 5.919.980 y US 6.207.058 hacen referencia a la recuperación de surfactantes en soluciones acuosas mediante la ultrafiltración, mientras que la patente US 5.137.654 hace referencia al uso de la ultrafiltración para la recuperación de un fluido para metalurgia tipo emulsión aceite/agua contaminado para su reutilización. Ninguno de estos documentos revela el uso de MVR.

20 **[0004]** La patente US 2006/0032630 revela la generación de vapor a alta presión a partir de una mezcla de aceite/agua producida en operaciones de recuperación de aceites pesados, que se trata en primer lugar para extraer el aceite y la grasa y luego alimenta un evaporador. El destilado puede emplearse directamente o refinado para extraer las trazas de solutos sólidos antes de emplearse para alimentar el generador de vapor.

[0005] La patente WO 92/01380 revela varias composiciones biocidas, incluidas algunas que resultan idóneas para su uso en fluidos para metalurgia.

25 **[0006]** Mientras la y/o la UF son dos procesos que se han empleado independientemente con anterioridad para recuperar agua de fluidos residuales procedentes de procesos industriales, sigue existiendo en la técnica la necesidad de procesos que utilicen la MVR y la UF para tratar fluidos procedentes de procesos industriales con el fin de recuperar materiales útiles, distintos del agua, de las aguas residuales.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

[0007]

30 La Fig. 1 proporciona un diagrama de bloques funcional esquemático de un proceso general de tratamiento de aguas residuales procedentes de procesos industriales que contienen material recuperable.

La Fig. 2 proporciona un diagrama de bloques funcional esquemático de un proceso general de recuperación de un material en aguas residuales procedentes de procesos industriales.

RESUMEN DE LA INVENCION

35 **[0008]** En un aspecto, la invención proporciona un proceso para preparar un fluido reciclado para procesos industriales que contiene un biocida fenólico disuelto y al menos una amina, y dicho proceso comprende: (a) tratar el fluido acuoso recogido tras su uso para metalurgia, laminación o extracción de metales, comprendiendo dicho fluido recogido agua, un biocida fenólico, al menos una amina y, opcionalmente, un surfactante, un emulsionante, un lubricante, un espesante o un aceite con: (i) ultrafiltración para extraer partículas de dicho fluido que sean de un tamaño superior aproximadamente a 6 nm de diámetro; y (ii) recompresión mecánica de vapor para obtener componentes del fluido usado que forme azeótropo o se destile con agua; y (b) recogiendo material recuperable que comprenda agua, biocida fenólico disuelto y, al menos, una amina, donde el material recuperable esté en una forma idónea para su reutilización.

[0009] La amina puede, por ejemplo, comprender N,N-dietiletanolamina, metoxipropilamina, o una combinación de ambas. El biocida puede, por ejemplo, comprender p-cloro-m-cresol u orto-fenilfenol o una combinación de ambos.

45 **[0010]** En ciertas realizaciones, el fluido acuoso es un fluido para metalurgia, por ejemplo, un fluido para metalurgia empleado para laminar metales. En otras realizaciones, el fluido acuoso puede ser un fluido de mecanizado.

[0011] En ciertas realizaciones, la ultrafiltración tiene lugar antes de la recompresión mecánica de vapor; en otras realizaciones, la recompresión mecánica de vapor tiene lugar antes de la ultrafiltración.

[0012] En ciertas realizaciones, el proceso comprende además realizar entre uno y cuatro pasos de ultrafiltración adicionales tras los pasos de ultrafiltración y recompresión mecánica de vapor arriba descritos.

[0013] En ciertas realizaciones, el biocida fenólico y, al menos, una amina presentes en el material recuperable se encuentran en una forma idónea para su reutilización o reciclado.

5 [0014] Otros aspectos y ventajas de la invención se harán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de la invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

10 [0015] Los procesos aquí descritos sirven para recuperar compuestos químicos valiosos presentes en aguas residuales procedentes de procesos industriales. Aunque es bien sabido en la técnica que las aguas residuales procedentes de procesos industriales contienen compuestos químicos valiosos que, si se recuperan, pueden reutilizarse, no se sabía cómo recuperar estos compuestos químicos valiosos. Así pues, los inventores diseñaron métodos para recuperar esos compuestos químicos valiosos. Al hacerlo, los inventores pudieron crear fluidos industriales a medida que contenían compuestos químicos valiosos para los clientes. En ciertas realizaciones de los métodos, el cliente aísla y reutiliza los compuestos químicos valiosos. En otras realizaciones, los compuestos químicos valiosos se extraen de las aguas residuales procedentes de procesos industriales y se almacenan para su uso posterior. En otras realizaciones, se extraen los compuestos químicos valiosos por lo que no contribuyen a la demanda química de oxígeno (COD) ni a la demanda bioquímica de oxígeno (BOD) en comparación con el uso de métodos de tratamiento tradicionales.

20 [0016] La recuperación de uno o más compuestos químicos valiosos presentes en las aguas residuales procedentes de procesos industriales es beneficiosa para el medio ambiente puesto que se devuelven menos aguas residuales al medio ambiente. Además, la recuperación de compuestos químicos valiosos presentes en las aguas residuales es rentable por dos razones. Una, el material recuperado de las aguas residuales procedentes de procesos industriales reduce la cantidad, el volumen y la masa de los residuos para eliminación tras llevar a cabo los procesos industriales. Dos, los compuestos químicos valiosos recuperados de las aguas residuales procedentes de procesos industriales, que incluyen agua, pueden reutilizarse para preparar un fluido para procesos industriales "reciclado", lo cual hace posible comprar menos fluido para procesos industriales y componentes del mismo.

30 [0017] Tal y como se describe aquí, los inventores descubrieron que la recompresión mecánica de vapor (MVR), en combinación con la ultrafiltración (UF), puede utilizarse para aislar materiales recuperables, además del agua presente en las aguas residuales procedentes de procesos industriales. Cuando la MVR y la UF se utilizan juntas, el orden específico de los componentes y/o pasos de la UF y la MVR no limita los procesos aquí descritos. En una realización, las aguas residuales procedentes de procesos industriales se tratan en primer lugar con UF y luego con MVR. En otra realización, las aguas residuales procedentes de procesos industriales se tratan en primer lugar con MVR y luego con UF. En otra realización, las aguas residuales procedentes de procesos industriales se tratan en primer lugar con MVR, luego con UF y finalmente con una segunda UF. En otra realización, las aguas residuales procedentes de procesos industriales se tratan en primer lugar con UF, luego con MRV y finalmente con una segunda UF.

35 [0018] Aunque los métodos aquí descritos hacen referencia a la recuperación de productos valiosos empleando UF y MVR, la invención no está limitada a estos dos tipos de equipos. Los expertos en la técnica sabrán cómo sustituir una o ambas técnicas/equipos de UF y MVR por otras técnicas/equipos que proporcionen resultados similares. Por ejemplo, pueden emplearse equipos empleados para realizar ósmosis inversa, nanofiltración y microfiltración, entre otros, en lugar de los equipos de UF.

40 A. Métodos para aislar materiales recuperables

45 [0019] El término "aguas residuales procedentes de procesos industriales", tal y como se emplea aquí, hace referencia a cualquier fluido que emplee agua como fase continua en un proceso industrial. Así pues, las aguas residuales procedentes de procesos industriales pueden incluir soluciones, dispersiones y emulsiones verdaderas, entre otras cosas. Específicamente, las aguas residuales procedentes de procesos industriales se emplean para operar maquinaria de procesos industriales. En una realización, las aguas residuales procedentes de procesos industriales hacen referencia a los fluidos para metalurgia. En un ejemplo, los fluidos para metalurgia se emplean en industrias de laminado de metales, como aluminio y acero. En otra realización, las aguas residuales procedentes de procesos industriales hacen referencia a los fluidos de mecanizado. En un ejemplo, los fluidos de mecanizado se emplean en las industrias para extraer los metales presentes en una superficie mediante métodos químicos o mecánicos, como el corte y el esmerilado, entre otros.

55 [0020] Además de un biocida fenólico y al menos una amina, las aguas residuales procedentes de procesos industriales para su uso en la invención también pueden contener, sin límite, uno o más de un aceite, incluido aceite mineral, agua, éster, ácido carboxílico, surfactante, ácido graso, emulsionante, espesante, lubricante, dispersante, antioxidante, inhibidor de la corrosión, compuesto alcalino, formador, disolvente o portador, entre otros. Véanse, por ejemplo, los componentes de las aguas residuales procedentes de procesos industriales descritas en la patente estadounidense número 6.818.609.

ES 2 792 454 T3

5 **[0021]** Los términos "aguas residuales usadas procedentes de procesos industriales" o "aguas residuales procesadas procedentes de procesos industriales" o las variaciones de las mismas, tal y como se emplean aquí, son intercambiables y hacen referencia a las aguas residuales procedentes de procesos industriales que se han utilizado al menos una vez para uno o más de los objetivos industriales primigenios arriba descritos. Del mismo modo, los términos "fluido nuevo para procesos industriales" o "fluido no procesado para procesos industriales" o las variaciones de los mismos, tal y como se emplean aquí, son intercambiables y hacen referencia al fluido para procesos industriales que no se ha utilizado anteriormente en ningún proceso industrial.

10 **[0022]** El término "aguas residuales procedentes de procesos industriales", tal y como se emplea aquí, hace referencia al fluido o a las aguas residuales recogidas tras el uso del fluido para procesos industriales en un proceso industrial. Típicamente, las aguas residuales son fluidos acuosos.

15 **[0023]** El término "material recuperable", tal y como se emplea aquí, hace referencia a un compuesto químico que se recupera o separa de un fluido procedente de procesos industriales usado, esto es, destilado mediante vapor o destilación azeotrópica. El término "compuesto químico valioso" hace referencia a dicho material recuperable. En una realización, el material recuperable o el compuesto químico valioso es soluble en agua. En otra realización, el material recuperable o el compuesto químico valioso es dispersable en agua, esto es, puede pasar por la UF. En otra realización, el material recuperable o el compuesto químico valioso forma un azeótropo con agua. En otra realización, el material recuperable o el compuesto químico valioso tiene un tamaño inferior a la proteína globular estándar descrita en Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 4th Ed., 16:16-170 (1995). Los expertos en la técnica sabrán que. La proteína globular estándar tiene un peso molecular de aproximadamente 50 kD, un diámetro molecular de aproximadamente 5 a aproximadamente 6 nm, y no puede atravesar una membrana estándar de una unidad de ultrafiltración. Por ejemplo, los materiales presentes en el fluido de un proceso industrial cuyo diámetro sea superior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm no puede atravesar la membrana de ultrafiltración.

25 **[0024]** El material recuperable o el compuesto químico valioso es deseable que sea inferior a la proteína globular estándar, esto es, tiene un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm. En una realización, el material recuperable tiene un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm. En otra realización, el material recuperable tiene un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5, 5,1, 5,2, 5,3, 5,4, 5,5, 5,6, 5,7, 5,8, 5,9 y 6,0, o a las fracciones de diámetro intermedias. En otra realización, el material recuperable tiene un diámetro molecular de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 6 nm, de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 6 nm, de aproximadamente 1 a aproximadamente 6 nm, de aproximadamente 2 a aproximadamente 6 nm, de aproximadamente 3 a aproximadamente 6 nm, de aproximadamente 4 a aproximadamente 6 nm, entre otros rangos, incluidas las fracciones de números enteros intermedias.

30 **[0025]** Es deseable que el material recuperable no se degrade u oxide en condiciones de recompresión mecánica de vapor. El término "degradar", tal y como se emplea aquí, hace referencia a la ruptura de uno o más enlaces de un compuesto químico, con la consiguiente destrucción de dicho compuesto químico. En una realización, el material recuperable es estable hasta temperaturas de aproximadamente 200 °C, esto es, el material recuperable no se degrada a temperaturas de aproximadamente 200 °C. Es, además, deseable que el material recuperable pueda atravesar la unidad de MVR.

35 **[0026]** También es ventajoso que el material recuperable o el compuesto químico valioso sea soluble en agua, formen un azeótropo con agua o sean dispersables en agua.

40 **[0027]** El material recuperable contiene agua y, al menos, una amina. Los inventores plantearon la hipótesis de que las aminas con enlaces de hidrógeno reducidos eran más fácilmente recuperables empleando los métodos de UF/MVR aquí descritos en comparación con las aminas con mayores cantidades de enlaces de hidrógeno. Esto se ilustra mediante el Ejemplo 1 y podría ser determinado por un experto en la técnica empleando la descripción aquí proporcionada. El término "enlaces de hidrógeno reducidos", tal y como se emplea aquí, hace referencia a una amina con un número mínimo de átomos de H susceptibles de dar lugar a enlaces de hidrógeno con átomos electronegativos en otras moléculas químicas presentes en las aguas residuales procedentes de procesos industriales. Es deseable que una amina con "enlaces de hidrógeno reducidos" tenga menos átomos de H, susceptibles de dar lugar a enlaces de hidrógeno, que la etilenediamina o la monoetanolamina. El material recuperable incluye, al menos, una amina, por ejemplo, una amina soluble en agua. En ciertas realizaciones, la amina puede comprender dietilanolamina, metoxipropilamina, o una combinación de ambas.

50 **[0028]** El material recuperable también contiene un biocida fenólico, por ejemplo, paraclorometacresol u orto-fenilfenol.

55 **[0029]** Un especialista en la técnica puede seleccionar diversos aparatos de UF, incluido el equipo de UF descrito en Labrecque et al., Chem. Eng., February, 2004. El componente de UF del proceso permite el paso de los compuestos químicos con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm, tal y como se describe arriba. En una realización, los materiales recuperables con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm atraviesan la membrana de la unidad de UF. Los materiales recuperables que atraviesan la membrana de la unidad de UF pueden almacenarse para su tratamiento posterior mediante MVR o tratarse de forma inmediata mediante MVR. Por ejemplo, los compuestos químicos con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm pueden almacenarse en un tanque contenedor. Los procesos

ES 2 792 454 T3

aquí descritos pueden incluir uno o más pasos de "refinado" mediante UF, esto es, 1, 2, 3, 4 o más. Estos pasos de "refinado" mediante UF se suelen llevar a cabo para purificar aún más el material recuperable. Es deseable que los pasos de "refinado" mediante UF se lleven a cabo al final del proceso, esto es, tras el tratamiento de las aguas residuales, empleando MVR o MVR/UF.

5 **[0030]** Además de permitir el paso de compuestos con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm, la UF separa y retiene compuestos químicos presentes en las aguas residuales con un diámetro molecular superior aproximadamente a 6 nm. En una realización, los compuestos químicos con un diámetro molecular superior aproximadamente a 6 nm son subproductos y se suelen eliminar como residuos. En otra realización, los compuestos químicos con un diámetro molecular superior aproximadamente a 6 nm y se extraen mediante UF y luego se recogen y almacenan para su uso posterior. En otra realización, los compuestos químicos con un diámetro molecular superior aproximadamente a 6 nm y que se extraen mediante UF incluyen aceites que pueden utilizarse como combustible.

15 **[0031]** Los términos MVR y destilación por compresión de vapor, tal y como se emplean aquí, son intercambiables. Un especialista en la técnica puede seleccionar diversos aparatos de MVR, incluido el equipo de MVR descrito en Labrecque et al., Chem. Eng., February, 2004. El paso de MVR del proceso permite recuperar uno o más materiales recuperables de aguas residuales con un punto de ebullición inferior aproximadamente a 200 °C. En una realización, la MVR permite recuperar uno o más compuestos químicos de aguas residuales con un punto de ebullición de entre aproximadamente 50 y aproximadamente 200 °C. En otra realización, la MVR permite recuperar uno o más compuestos de aguas residuales con un punto de ebullición de entre aproximadamente 60 y aproximadamente 180 °C. En otra realización, la MVR permite recuperar uno o más compuestos químicos de aguas residuales con un punto de ebullición de entre aproximadamente 70 y aproximadamente 160 °C. Y en otra realización, la MVR permite recuperar uno o más compuestos químicos de aguas residuales con un punto de ebullición de entre aproximadamente 80 y aproximadamente 140 °C. En otra realización, la MVR permite recuperar uno o más compuestos químicos de aguas residuales con un punto de ebullición de entre aproximadamente 90 y aproximadamente 120 °C. En otra realización, la MVR permite recuperar uno o más compuestos químicos de aguas residuales con un punto de ebullición de entre aproximadamente 100 y aproximadamente 110 °C. Y en otra realización, la MVR permite recuperar uno o más compuestos químicos de aguas residuales con un punto de ebullición de entre aproximadamente 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200 °C, o incrementos fraccionales intermedios de los grados. Es deseable que el material recuperable no se degrade ni oxide en condiciones de MVR. El destilado obtenido tras tratar las aguas residuales con MVR suele contener el material recuperable.

25 **[0032]** Los compuestos con un punto de ebullición superior aproximadamente a 200 °C no suelen destilarse empleando el componente MVR del proceso y se recogen tras el MVR. Sin embargo, los compuestos con un punto de ebullición superior a 200 °C y que pueden formar un azeótropo con agua pueden recuperarse empleando los procesos aquí descritos. En otra realización, los compuestos que pueden destilarse mediante vapor, esto es, que pueden formar un azeótropo con agua, pueden recuperarse empleando los procesos aquí descritos. Además, cualquier compuesto que se degrade durante la MVR se recoge tras la MVR y se elimina como residuos.

30 **[0033]** En una realización, la combinación de UF y MV permite la recuperación de materiales recuperables que son solubles en agua, que tienen un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm, y tienen un punto de ebullición inferior aproximadamente a 200 °C.

40 **[0034]** Pueden aislarse uno o más componentes de los materiales recuperables. En una realización, uno o más componentes del material recuperable pueden aislarse empleando técnicas conocidas para los expertos en la técnica, incluidos, sin límite, los pasos de destilación adicionales o alternativos. En otra realización, el agua, que puede eliminarse o retenerse para su uso posterior, puede separarse del material recuperable. En otra realización, el material aislado se combina luego con fluido acuoso no procesado para procesos industriales.

45 **[0035]** La Fig. 1 proporciona un ejemplo de un proceso para tratar aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales. En esta figura, el fluido para procesos industriales (2) se emplea en un proceso industrial (4). Las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales (6) se envían a ultrafiltración (8). Los componentes de las aguas residuales con un diámetro molecular superior aproximadamente a 6 nm (10) se recogen en un tanque contenedor (12). Los componentes de las aguas residuales con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm (14) se envían a un tanque contenedor (16) y luego a MVR (18). Alternativamente, los componentes de las aguas residuales con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm (14) se envían directamente a MVR (18). Los componentes de las aguas residuales que pueden destilarse mediante MVR (20) se envían al tanque contenedor (22). Los componentes de las aguas residuales que se descomponen durante la MVR (20) o que tienen un punto de ebullición superior aproximadamente a 200 °C se envían a almacenamiento (26) para su eliminación. Se añaden químicos adicionales (28) a (22) para formar un fluido de procesos industriales reciclable (30) que puede emplearse en procesos industriales (4).

55 **[0036]** La Fig. 2 proporciona otro ejemplo de un proceso para tratar aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales. En esta figura, el fluido para procesos industriales (102) se emplea en un proceso industrial (104). Las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales (106) se envían a ultrafiltración (108). Los componentes de las aguas residuales con un diámetro molecular superior aproximadamente a 6 nm (110) se recogen

ES 2 792 454 T3

en un tanque contenedor (112) para su eliminación. Los componentes de las aguas residuales con un diámetro molecular inferior a un rango de entre aproximadamente 5 y aproximadamente 6 nm (114) se envían a un tanque contenedor (116) y a continuación a MVR (118). Alternativamente, los componentes de las aguas residuales con un diámetro molecular inferior a un rango de entre aproximadamente 5 y aproximadamente 6 nm (114) se envían directamente a MVR (118). Los componentes de las aguas residuales que pueden destilarse mediante MVR (120) se envían al tanque contenedor (22). Los componentes de las aguas residuales que se descomponen durante la MVR (124) o que tienen un punto de ebullición superior aproximadamente a 200 °C (124) se envían a almacenamiento (126) para su eliminación. Los materiales recuperables (130) en (120) se aíslan empleando una destilación adicional (128).

B. Métodos para utilizar materiales recuperados

10 **[0037]** El material recuperable y el agua aislados de las aguas residuales pueden emplearse para la preparación de fluido acuoso para procesos industriales. Es deseable que algunos de los materiales recuperables presentes en el fluido de procesos industriales se aíslen empleando las técnicas UF/MVR aquí descritas. En una realización, el material recuperable puede transferirse a un tanque contenedor para su uso posterior. En otra realización, el material recuperable puede combinarse directamente con más fluido acuoso para procesos industriales. En otra realización, el material recuperable puede analizarse para determinar el contenido del mismo y se le añaden compuestos químicos adicionales para preparar un fluido industrial acuoso. Un experto en la técnica podrá analizar los materiales recuperables para determinar sus componentes empleando técnicas bien conocidas en la técnica, incluidas, sin límite, la cromatografía, como cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC) y cromatografía en capa fina (TLC), cromatografía de gases (GC), análisis de espectrometría de masas (MS), espectroscopia infrarroja (IR), y combinaciones de estos, entre otros.

15 **[0038]** El agua aislada empleando las técnicas aquí descritas puede reciclarse para su uso en los mismos procesos industriales bien sola o combinada con fluido de procesos industriales nuevo o usado. Alternativamente, el agua aislada tal y como se describe aquí puede eliminarse empleando cualquier técnica conocida en la técnica. De hecho, es una ventaja del uso combinado de la UF y la MVR empleando los procesos aquí descritos que proporciona agua sustancialmente exenta de otros materiales recuperables, permitiendo así su fácil eliminación, esto es, su descarga al medio ambiente siguiendo la normativa gubernamental. Es deseable que la eliminación de agua aislada empleando los procesos aquí descritos no sea cara.

20 **[0039]** Los materiales recuperables (o los fluidos de procesos industriales que contengan los materiales recuperables) aislados empleando los procesos UF/MVR aquí descritos pueden emplearse en sus aplicaciones previstas, como en el tratamiento de superficies duras, como metales. Alternativamente, los materiales recuperables (o los fluidos de procesos industriales que contienen los materiales recuperables) aislados empleando los procesos UF/MVR aquí descritos pueden almacenarse juntos o por separado. Los procesos incluyen que una superficie dura, como el metal, entre en contacto con fluido acuoso de procesos industriales que contenga material recuperable aislado tal y como se describe aquí.

30 **[0040]** Estos procesos proporcionan fluidos acuosos para procesos industriales. Estos fluidos acuosos de procesos industriales contienen agua; uno o más de un emulsionante, aceite, amina, espesante, lubricante, dispersante, antioxidante, inhibidor de la corrosión, compuesto alcalino, surfactante y portador; y uno o más compuestos químicos recuperados de las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales tratadas con UF y MVR tal y como se describe arriba. Los compuestos químicos que pueden recuperarse de las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales incluyen biocidas fenólicos, como el paraclorometacresol y el orto-fenilfenol.

35 **[0041]** En un ejemplo, un fluido acuoso de procesos industriales contiene agua; uno o más de un emulsionante, aceite, amina, espesante, lubricante, dispersante, antioxidante, inhibidor de la corrosión, compuesto alcalino, surfactante, biocida y portador; y uno o más compuestos químicos recuperados de las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales tratadas con UF y MVR.

40 **[0042]** En otro ejemplo, se describe un proceso para tratar superficies duras, como metales, con un fluido acuoso de procesos industriales que contienen material recuperable. El proceso incluye que una superficie dura, como el metal, entre en contacto con el fluido acuoso de procesos industriales que contenga material recuperable. Las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales que contienen material recuperable se tratan a continuación mediante ultrafiltración para extraer partículas de las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales con un diámetro molecular superior aproximadamente a 6 nm. Las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales que contienen material recuperable también se tratan mediante recompresión mecánica de vapor, donde los materiales recuperables son solubles en agua, dispersables en agua, o forman azeótropo con agua, y no se degradan a temperaturas

50 inferiores aproximadamente a 200 °C. El material recuperable de las aguas residuales, en forma acuosa, procedente de procesos industriales, se recupera y puede utilizarse para tratar una superficie dura, como el metal, o se almacena para su uso posterior.

5 **[0043]** En otro ejemplo, se describe un proceso para preparar un fluido acuoso de procesos industriales que contenga material recuperable. El proceso incluye que una superficie dura, como el metal, entre en contacto con el fluido acuoso de procesos industriales que contenga material recuperable. Las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales que contienen material recuperable se tratan con ultrafiltración. Las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales que contienen material recuperable se tratan también con recompresión mecánica de vapor, donde el material recuperable se aísla. El material recuperable se combina luego con fluido acuoso no procesado para procesos industriales.

10 **[0044]** En otro ejemplo, se describe un proceso para preparar un fluido acuoso de procesos industriales que contenga material recuperable. El proceso incluye que una superficie dura, como el metal, entre en contacto con el fluido acuoso de procesos industriales que contenga material recuperable. Las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales que contienen el material recuperable se tratan a continuación mediante ultrafiltración para extraer partículas de las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales con un diámetro molecular superior aproximadamente a 6 nm. Las aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales que contienen material recuperable se tratan entonces mediante recompresión mecánica de vapor, donde los materiales recuperables son solubles en agua, dispersables en agua, o forman azeótropo con agua, y no se degradan ni se oxidan a temperaturas inferiores a

200 °C. Los materiales recuperables se aíslan y combinan luego con fluido acuoso no procesado para procesos industriales.

C. Métodos para diseñar fluidos para procesos industriales

20 **[0045]** Empleando los métodos aquí descritos, se podrá diseñar un fluido para procesos industriales para un cliente determinado en base a sus necesidades industriales. Los métodos permiten diseñar fluidos acuosos para procesos industriales que contengan material recuperable. Para diseñar el fluido para procesos industriales, hay que evaluar las necesidades del cliente, el sector industrial específico, las normativas gubernamentales relativas a la eliminación de residuos y los costes de eliminación de residuos frente a los de recuperación, entre otros factores. Entre sus ventajas, los métodos aquí descritos permiten recuperar el agua presente en las aguas residuales procedentes de procesos industriales. Toda el agua recuperada de las aguas residuales procedentes de procesos industriales puede reutilizarse o eliminarse mediante vías aceptables y legales desde un punto de vista medioambiental.

30 **[0046]** El modo de diseñar un fluido para procesos industriales mediante los métodos aquí descritos está en la selección del material recuperable. También es imperativo determinar el alcance del aislamiento del material recuperable. Por ejemplo, los materiales recuperables que solo pueden recuperarse en tasas bajas no suelen ser los preferidos a la hora de diseñar el fluido para procesos industriales. En una realización, se selecciona un material recuperable soluble en agua. En otra realización, se selecciona un material recuperable susceptible de formar un azeótropo con agua. En otra realización, se selecciona un material recuperable dispersable en agua. Es también deseable seleccionar un material recuperable que no se degrade u oxide en condiciones de recompresión mecánica de vapor. También es deseable seleccionar un material recuperable con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm, permitiendo así el paso del mismo a través de la membrana de una unidad de ultrafiltración. Una vez seleccionado el material recuperable, el fluido para procesos industriales se prepara empleando el mismo. Un experto en la técnica podrá seleccionar otros compuestos químicos adecuados para la combinación con el material recuperable para el fluido para procesos industriales.

40 **[0047]** El uso de los métodos aquí descritos permite diseñar fluido para procesos industriales asequibles para el cliente y seguros para el medio ambiente. En un ejemplo, se diseña un fluido para procesos industriales que contiene agua, que puede ser aislada. Claramente, la reutilización del agua presente en las aguas residuales procedentes de procesos industriales no solo se fomenta desde un punto de vista medioambiental, sino que es considerablemente económica para un cliente dados los costes asociados con el uso de agua dulce y/o la eliminación del agua contaminada.

45 **[0048]** En otro ejemplo, se diseña un fluido para procesos industriales que contiene agua y una amina, que puede ser aislada. Como se ha dicho arriba, es deseable que la amina sea soluble en agua. En un ejemplo, la amina contiene enlaces de hidrógeno reducidos. En otro ejemplo, la amina tiene enlaces de hidrógeno reducidos en comparación con la monoetanolamina o la dietanolamina. En otro ejemplo, la amina es N,N-dietiletanolamina, metoxipropilamina o una combinación de ambas.

50 **[0049]** En otro ejemplo, se diseña un fluido para procesos industriales que contiene agua y un biocida fenólico que puede ser aislado. Como se ha dicho arriba, es deseable que el biocida sea soluble en agua. En un ejemplo, el biocida es p-chloro-m-cresol, orto-fenilfenol o una combinación de ambos.

55 **[0050]** En un ejemplo, se diseña un fluido acuoso para procesos industriales combinando agua con uno o más componentes necesarios para la aplicación industrial en particular, por ejemplo, un emulsionante, aceite, amina, espesante, lubricante, dispersante, antioxidante, inhibidor de la corrosión, componente alcalino, surfactante, biocida y portador; y uno o más compuestos químicos. Se seleccionan uno o más de estos componentes en base a características que permitan la recuperación del componente o componentes mediante los procesos de recuperación MVR/UF aquí descritos. Por ejemplo, un componente deseable es (i) soluble en agua, dispersable en agua o forma un

ES 2 792 454 T3

azeótropo con agua, (ii) tiene un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta aproximadamente 6 nm y (iii) tiene un punto de ebullición inferior a 200 °C. Dicho componente es deseablemente susceptible de ser recuperado de las aguas residuales producidas tras un proceso industrial mediante la combinación de UF y MVR. Por ejemplo, dicho componente se caracteriza por los enlaces químicos, que toleran los pasos de recuperación de MVR y UF.

5 Ejemplo de dichos componentes son las aminas N,N-dietiletanolamina y metoxipropilamina. Un experto en la técnica, dado el contenido de esta especificación, podrá seleccionar los componentes deseados para un fluido para procesos industriales cuyas cualidades le puedan sobrevivir a dichos procesos de recuperación. Así, para cada aplicación industrial, un "diseñador" de fluidos para procesos industriales permite reducir costes y proporciona ventajas medioambientales asociadas con la recuperación y el reciclado de estos componentes mediante los procesos aquí descritos.

10 **[0051]** In En otro ejemplo, se describe un método para diseñar un fluido acuoso para procesos industriales que contiene material recuperable, dicho método incluye (a) seleccionar un material recuperable que (i) sea soluble en agua, forme un azeótropo con agua, o sea dispersable en agua; y (ii) no se degrade ni oxide en condiciones de recompresión mecánica de vapor; y (b) preparar un fluido acuoso para procesos industriales empleando el material recuperable.

15 **[0052]** Los siguientes ejemplos son meramente ilustrativos y no pretenden limitar la presente invención.

EJEMPLOS

Ejemplo 1: Tratamiento de aguas residuales procedentes de procesos industriales que contienen material recuperable

20 **[0053]** Se prepararon cuatro (4) composiciones de fluido para procesos industriales que contenían los componentes de la Tabla 1. Estas composiciones se diluyeron a continuación en agua hasta una concentración de aproximadamente el 5 % a aproximadamente el 10 % por volumen. Estas composiciones acuosas finales eran representativas de aguas residuales, en forma acuosa, procedentes de procesos industriales que pueden generarse a partir de un proceso industrial. Se pasaron estas composiciones a través de una unidad de ultrafiltración con membrana tipo espiral (GE), serie MW, en PAN (poliacrilonitrilo), OSMONICS® que extrajo el aceite y las partículas con un diámetro molecular específico superior a aproximadamente 6 nm. Las aguas residuales se pasaron a continuación a través de un aparato de destilación a pequeña escala que estimuló la operación de una unidad de MVR VACOM™ VCD2000 (Vacom) o una unidad similar. Se recuperaron y midieron las aminas para determinar el porcentaje de recuperación tras el proceso MVR/UF.

Tabla 1

Componente (% p)	Composición 1 (% p)	Composición 2 (% p)	Composición 3 (% p)	Composición 4 (% p)	Recuperación de aminas (%)
Aceite mineral	85	85	85	85	-
Ácido oleico	10	10	10	10	-
N,N-dietiletanolamina	5	0	0	0	100
Monoetanolamina	0	5	0	0	6,5
Metoxipropilamina	0	0	5	0	100
Etilenediamina	0	0	0	5	13,5

30 **[0054]** Los inventores descubrieron que la N,N-dietiletanolamina y la metoxipropilamina, respectivamente, en las composiciones de fluidos de procesos industriales 1 y 3, soportaban las condiciones de UF y MVR y eran recuperadas de la composición en una tasa del 100 %. Este ejemplo ilustra que los fluidos de procesos industriales que contienen estas aminas, a diferencia de los fluidos de procesos industriales que contienen aminas como la monoetanolamina o la etilenediamina, son susceptibles de pasar por el proceso de recuperación MVR/UF y permiten la recuperación y el reciclado de los caros componentes aminas del fluido de procesos industriales.

ES 2 792 454 T3

Ejemplo 2: Reutilización de aguas residuales procedentes de procesos industriales que contienen material recuperable

- 5 **[0055]** Las aguas residuales procedentes de procesos industriales se tratan empleando una unidad de ultrafiltración con membrana tipo espiral (GE), serie MW, en PAN (poliacrilonitrilo), OSMONICS® para extraer las partículas con un diámetro molecular superior a aproximadamente 6 nm. Las aguas residuales resultantes que contenían material con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta 6 nm se pasaron a continuación a través de una unidad de MVR a pequeña escala, esto es, un aparato de destilación, que simulaba la operación de una unidad de MVR VACOM™ VCD000 (Vacom) o una unidad similar. Los componentes químicos que se degradan durante la MVR o los componentes químicos con puntos de ebullición por encima de aproximadamente 200 °C no se extraen. Las aguas residuales tratadas que contienen materiales recuperables se recogen.
- 10 **[0056]** Las aguas residuales recogidas que contienen materiales recuperables se analizan empleando espectroscopia infrarroja y métodos húmedos como titulaciones para determinar su composición química. Las aguas residuales que contienen materiales recuperables se modifican a continuación mediante la adición de uno o más componentes de fluido de procesos industriales para preparar un fluido para procesos industriales usado o reciclado. Este fluido para procesos industriales usado se utiliza luego en un proceso industrial, ahorrando así costes de eliminación de residuos y limpieza medioambiental y permitiendo la reutilización de caros materiales de partida.
- 15

Ejemplo 3: Aislamiento de biocidas presentes en aguas residuales procedentes de procesos industriales de forma independiente empleando MVR y UF

- 20 **[0057]** Los biocidas se añaden frecuentemente a las formulaciones metalúrgicas para evitar el crecimiento de microorganismos durante el uso. Una desventaja de los biocidas es su toxicidad para el medio ambiente, incluso a bajos niveles (ppm). La posibilidad de recuperar y reutilizar el biocida presente en el fluido para metalurgia ofrece una ventaja económica y evita que este se convierta en un contaminante ambiental.
- 25 **[0058]** En este ejemplo, las composiciones de fluido para metalurgia que contienen de forma independiente dos (2) biocidas se procesaron por separado empleando MVR y UF para determinar si los biocidas podían recuperarse. Esto es, el p-chloro-m-cresol (composición 1) y el orto-fenilfenol (composición 2) se añadieron de forma independiente al fluido para metalurgia y luego se diluyeron al 5 %. Los componentes de cada composición se proporcionan en la Tabla 2.

Tabla 2

Componente	Composición (% p)	
	1	2
Aceite mineral	76,0	76,0
Ácido oleico	6,5	6,5
Emulsionante	6,0	6,0
butilhidroxitolueno (BHT)	0,3	0,3
Aceite éster	6,2	6,2
aminometilpropanol (AMP)	1,7	1,7
Toliltriazol	0,3	0,3
p-chloro-m-cresol	3	0
orto-fenilfenol (reactivo Dowicide® 1)	0	3

- 30 **[0059]** También se emplearon dos (2) controles en este ejemplo. El Control A contenía 1500 ppm del reactivo Dowicide® 1, que contenía orto-fenilfenol como biocida e hidróxido de potasio para solubilizar el biocida. El Control B contenía 1500 ppm de paraclorometacresol (PCMC) como biocida y aminometil propanol para solubilizar el biocida.

[0060] A continuación las diluciones se trataron por separado empleando (i) una destilación que imitaba una MVR a pequeña escala y (ii) una unidad de filtración UF. Los componentes de las aguas residuales tras la destilación/filtración se analizaron inicialmente empleando un Kit de prueba Hach Modelo PL-1 según las instrucciones del fabricante. Véase

ES 2 792 454 T3

la Tabla 3 para consultar los resultados del análisis Hach de las muestras tratadas con destilación y la Tabla 4 para consultar los resultados del análisis Hach de las muestras tratadas con filtración.

Tabla 3

Muestra	Cantidad en la muestra antes de la destilación (ppm)	Cantidad en la fase de agua recogida tras la destilación (ppm)	Recuperación a partir de la destilación basada en Hach (%)
Control A*	500	-	-
Control B*	500	-	-
Composición 1	460	460	100
Composición 2	500	500	100

* Nótese que los Controles A y B tienen 500 ppm según el análisis con el método Hach, aunque la concentración real para estos controles era de 1500 ppm.

5

Tabla 4

Muestra	Cantidad en la muestra antes de la filtración (mg/L)	Cantidad en la muestra tras la filtración (mg/L)
Composición 1	400	76
Composición 2	700	42

10 **[0061]** Estos resultados preliminares indican que la recuperación del biocida fenol era mejor si la MVR se llevaba a cabo antes de la UF. Se anticipa que otros análisis o análisis repetidos mostrarían mediciones más exactas de las cantidades de biocida en todas las muestras.

Ejemplo 4: Aislamiento de materiales recuperables presentes en las aguas residuales procedentes de procesos industriales

15 **[0062]** Las aguas residuales procedentes de procesos industriales se tratan empleando una unidad de ultrafiltración con membrana tipo espiral (GE), serie MW, en PAN (poliacrilonitrilo), OSMONICS® para extraer el material con un diámetro molecular superior a aproximadamente 6 nm. Las aguas residuales resultantes que contenían material con un diámetro molecular inferior aproximadamente a 5 y de hasta 6 nm se pasaron a continuación a través de una unidad de MVR VACOM™ VCD2000 (Vacom) o una unidad similar. Se recogen las aguas residuales resultantes, que contienen materiales recuperables con un punto de ebullición inferior a aproximadamente 200 °C.

20 **[0063]** Si bien la invención se ha descrito con referencia a realizaciones particulares, se apreciará que pueden realizarse modificaciones dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar un fluido reciclado para procesos industriales que contiene un biocida fenólico disuelto y al menos una amina, y dicho proceso comprende:

5

(a) tratamiento de un fluido acuoso recogido tras su uso para metalurgia, laminación o extracción de metales, comprendiendo dicho fluido recogido agua, un biocida fenólico, al menos una amina y, opcionalmente, un surfactante, un emulsionante, un lubricante, un espesante o un aceite con:

10

(i) ultrafiltración para recuperar de dicho fluido partículas de un diámetro superior a aproximadamente 6 nm; y

(ii) recompresión mecánica de vapor para obtener componentes del fluido usado que formen azeótropo o se destilen con agua; y

15

(b) recogida de material recuperable que contenga agua, biocida fenólico disuelto y, al menos, una amina, donde el material recuperable se encuentre en una forma adecuada para su reutilización.

2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicha al menos una amina es N,N-dietiletanolamina, metoxipropilamina o una combinación de ambas.

20

3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicho biocida es p-chloro-m-cresol u orto-fenilfenol o una combinación de ambos.

25

4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicho fluido acuoso es un fluido para metalurgia.

5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 4, donde dicho fluido acuoso es un fluido para metalurgia utilizado para laminar metales.

30

6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicho fluido acuoso es un fluido de mecanizado.

7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicha ultrafiltración tiene lugar antes de dicha recompresión mecánica de vapor.

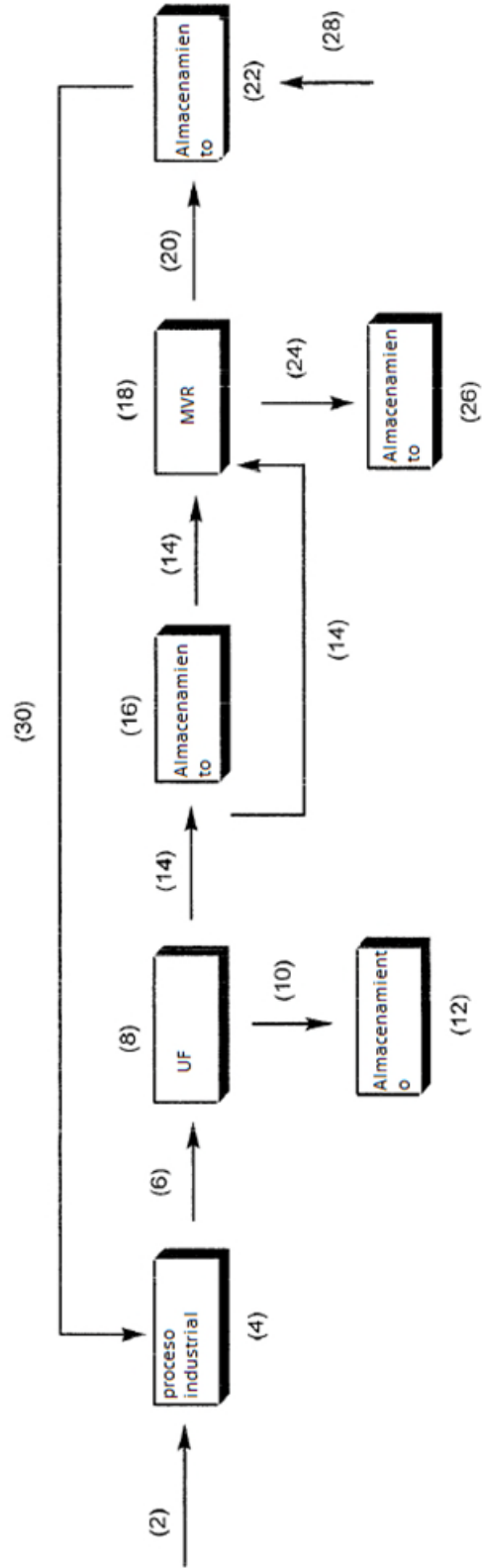
35

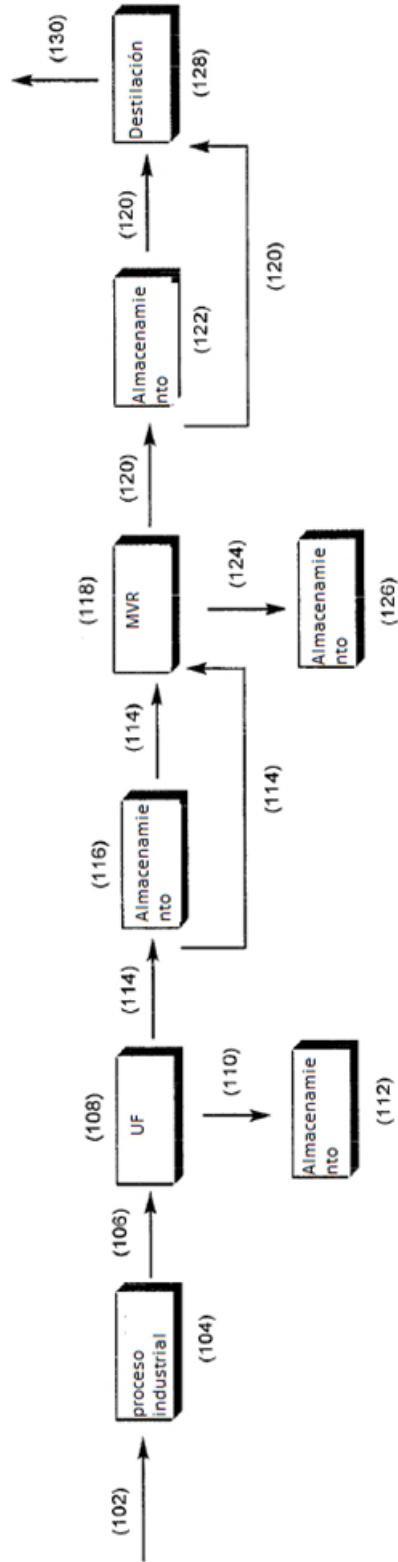
8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicha recompresión mecánica de vapor tiene lugar antes de dicha ultrafiltración.

40

9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además realizar los pasos de ultrafiltración adicionales 1 a 4 tras los pasos de (a)(i) y (a)(ii).

10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicho biocida fenólico y, al menos, una amina presentes en el material recuperable se encuentran en una forma idónea para su reutilización o reciclado.





REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

5 *Esta lista de referencias citadas por el solicitante quiere únicamente ayudar al lector y no forma parte del documento de patente europea. Aunque se ha puesto un gran cuidado en su concepción, no se pueden excluir errores u omisiones y la OEB declina toda responsabilidad a este respecto.*

Documentos de-patente citados en la descripción

- US 5919980 A [0003]
- US 6207058 B [0003]
- US 5137654 A [0003]
- US 20060032630 A [0004]
- WO 9201380 A [0005]
- US 6818609 B [0020]

Literatura no-patente que se cita en la descripción

- **LABRECQUE et al.** *Chem. Eng.*, February 2004 [0002] [0029] [0031]
- **KIRK-OTHMER.** Encyclopedia of Chemical Technology.1995, vol. 16, 16-170 [0023]