

(4)

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

10.465.-
546 8

23 OCT. 1952



205954

203954

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de MAATSCHAPPIJ VOOR KOLENSTEWERKING STAMPCARBON
N.V., entidad holandesa, establecida en 2, van der Maesens-
traat, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA REGENERACION COMPLE-
TA CONTINUA DE PERMUTADORES IONICOS".

La presente invención se refiere a un proceso
de transformación de sustancias, ionizadas en soluciones
(básicas, ácidas o sales) con la ayuda de intercambiadores
de iones, y más particularmente, el invento corresponde a
5 la regeneración del intercambiador iónico usado en esta trans-
formación.

Ya ha sido propuesto varias veces anteriormen-

205954 2016



te, al hacer la transformación de dos sales solubles B_1A_1 y B_2A_2 con la ayuda de un intercambiador de iones, procediéndose de manera que se obtengan 2 sales diferentes B_1A_2 y B_2A_1 , de acuerdo con la ecuación (1): $B_1A_1 + B_2A_2 \longrightarrow B_1A_2 + B_2A_1$.

5 Con el objeto de realizar esta transformación se elige un intercambiador iónico - que designaremos en lo sucesivo con la abreviatura IE - que contenga el ion B_1 y sea capaz de intercambiar este ion B_1 contra el ion B_2 , cuando una solución salina, en la que se halla presente el ion B_2 , es conducida sobre el IE. La primera fase del proceso - la llamada: carga del IE puede ser representada por la ecuación: (2): $(B_1 \cdot IE) + B_2A_2 \longrightarrow B_1A_2 + (B_2 \cdot IE)$. El IE, que ahora está cargado con iones B_2 , se regenera ulteriormente al pasar sobre él, una solución de la sal B_1A_1 , después de haber sido
10
15 el IE lavado con agua. Esta segunda fase - la llamada: regeneración del IE - puede ser representada por la ecuación (3): $(B_2 \cdot IE) + B_1A_1 \longrightarrow B_2A_1 + (B_1 \cdot IE)$.

Se verá, adicionando las ecuaciones (2) y (3), que se obtiene una doble transformación entre las sales B_1A_1 y B_2A_2 , como resultado de la cual se forman las sales B_1A_2 y B_2A_1 , habiendo funcionado únicamente el IE como portador de iones. En los procesos que, por su relación con el presente, son realizados de acuerdo con las ecuaciones 2 y 3 (véase G.R. 193, T 1013, Patentes holandesas 40.637, Patentes francesas 773.973) solo se utiliza una parte de la capacidad del IE. Con objeto de hacer el mayor uso posible del IE, se usa frecuentemente un exceso del agente regenerante.



205954

La necesidad de proceder así, reside en el hecho de que la conducta del IE, con respecto de los iones B_1 que deben ser intercambiados, difiere en su comportamiento respecto de los iones B_2 , diferencia debida al hecho de que el ion B_2 se halla enlazado con el IE más firmemente que el ion B_1 , de modo que la regeneración del IE es más difícil que su "carga".

Por el término "carga" del IE, tal como se usa en esta descripción y en las reivindicaciones anejas, se debe entender el proceso por el cual el IE, conteniendo un ion particular, se pone en contacto con otra solución que contenga otro ion, el cual se desea sustituya al ion del IE, y que se halla más firmemente enlazado con el IE que el IE se halla en condiciones de liberarse o desprenderse en este proceso; mientras que bajo el término "regeneración" debe entenderse el proceso en el que, el IE, conducido con un ion obtenido a partir de una solución que ha sido tratada, se pone en contacto con una solución regenerante, conteniendo otro ion, el cual - en la totalidad o en parte de las proporciones de mezcla en las que ambos iones deben hallarse presentes, uno al lado del otro, en la solución - se halla menos firmemente enlazado con el IE que el ion que el IE debe intercambiar durante dicha regeneración. Si por ejemplo, se supone que el ion B_2 está más firmemente enlazado por cierto IE que el ion B_1 , el resultado será la carga conforme la ecuación: $(B_1.IE) + B_2 \longrightarrow (B_2.IE) + B_1$, en un número limitado de columnas, ordenadas en serie, llenas con $B_1.IE$,

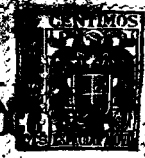
205954

2300



5 puede ser realizado de tal modo que una solución pura de B_2A_2 , introducida en uno de los extremos de la serie de columnas, pueda ser descargada en el otro extremo, como una solución de puro B_1A_2 . Con esta carga parece como si una zona de transición estacionaria se moviese a través de las columnas, de manera que si el lado de ingreso de tal zona, la solución presenta en la columna, y el IE, contuviesen exclusivamente iones B_2 , y en el lado de descarga de la zona, la solución y el IE contuviesen exclusivamente iones B_2 , mientras que en la zona de transición misma, la proporción: $B_2 / B_1 + B_2$, en la solución y en el IE, se alterase gradualmente, mediante un proceso en el cual se recorriesen todas las proporciones entre 1 y 0.

15 Sin embargo, la longitud de esta zona de transición es constante y las dimensiones de las columnas se eligen siempre de suerte que toda la zona de transición se sitúe dentro de una columna o de un corto número de columnas. En un proceso de regeneración, conforme con la ecuación: $(B_2 \cdot IE) + B_1 \longrightarrow (B_1 \cdot IE) + B_2$ se verá que no se forma dicha zona de transición estacionaria de longitud constante. Por tanto, si un IE, contenido en un número de columnas, ordenada en series y cargada con iones B_2 , firmemente enlazados, se regenera mediante adición de una solución del ion B_1 , a la primera columna - el cual ion B_1 se halla
20 menos firmemente enlazado con el IE que el ion B_2 , la zona de transición de la columna debe moverse - es verdad - pero
25 también sucede que esta zona de transición se conserva, in-



230

205954

crementando su longitud. Solo mediante un número constantemente creciente de columnas, puede la solución presente en las columnas y el IE, que se hallan en el lado de ingreso de esta zona de transición, ser reducida a contener exclusivamente iones B_1 , mientras que en el otro lado de esta zona, tanto la solución como el IE, contengan exclusivamente iones B_2 , así como que en la zona de transición y en la dirección de la corriente líquida, la proporción $B_2 / B_1 + B_2$, se altera desde 0 a 1. En la práctica técnica, no obstante, resulta solamente posible de realizar el proceso de regeneración continua, en un número, limitado y constante, de columnas, ordenadas en series. Se sigue por tanto, que en la regeneración, efectuada de esta manera, resulta imposible de obtener, ni una completa regeneración ni una completa descarga líquida de la última columna de la serie, ya que consiste exclusivamente en una solución del cation B_2 , mediante el cual se obtiene, en todos los casos, una solución, en la que la proporción $B_2 / B_1 + B_2$, resulta en promedio mayor que 1. En consecuencia, la regeneración ha sido realizada con una cantidad excesiva de solución regenerante, conteniendo el ion B_1 , con relación a la cantidad de (B_2 . IE) regenerada. Ello no representa inconveniente, dado que el agente regenerante es una salnada costosa, cuya solución puede obtenerse en grandes cantidades. Por ejemplo, la preparación, previamente propuesta de $NaNO_3$ mediante la conversión de una solución de $Ca(NO_3)_2$ con agua del mar, con ayuda de un IE, puede efectuarse económicamente sin recupera-



ción del agente regenerante NaCl, ya que la solución obtenida en la regeneración no es otra cosa que agua del mar que se ha empobrecido en NaCl) y en la que se ha disuelto CaCl_2 ; esta solución no contiene ningún componente valioso y puede ser directamente expelida por la bomba, al mar, sin ninguna objeción. En la correspondiente preparación de KNO_3 por conversión de una solución de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ y una solución de KCl, por el contrario el líquido que se vacía de la columna, durante la completa regeneración del IE cargado con iones de Ca, contiene - en relación con el CaCl_2 - una cantidad considerable de KCl y este líquido no puede ser considerado sin valor.

No obstante, se ha descubierto recientemente la posibilidad de realizar la regeneración completa del IE, en un número limitado de columnas, de tal modo que el líquido que sale de la última columna contenga una solución virtualmente pura de solamente una sal. Así resulta posible de obtener, del modo concorde con el invento, un líquido final, consistente en una solución CaCl_2 , virtualmente libre de KCl, mediante regeneración de un IE cargado de iones Ca con la ayuda de una solución de KCl. La pérdida de agente regenerador usado KCl es escasa o nula. De acuerdo con el invento, la regeneración no se realiza - como se ha venido haciendo usualmente hasta ahora - en una fase, sino en tres sucesivas fases, en cuyo proceso la serie de columnas se divide en dos grupos, por decirlo así. De acuerdo con el presente invento, un proceso de regeneración de un intercambia-

23 OCT 1954



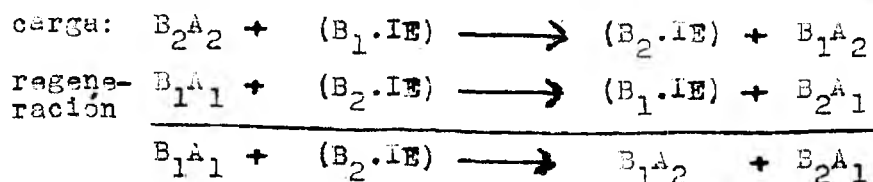
205954

5 dor de iones, haciendo pasar una solución de un agente re-
generante sucesivamente a través de una serie de columnas
conteniendo el intercambiador de iones, cargado con el ion
que debe ser sustituido y el intercambiador de iones, sepa-
radamente regenerado, procedente de la primera de las series,
asi como una solución del agente regenerante, completamente
transformado y sustancialmente consumido, procedente de la
última de las series, se caracterizan en que se divide la se-
rie de columnas de dos grupos y en que pasa un exceso del
10 agente regenerante a través del primer grupo; en que se se-
para el exceso de agente regenerante de la solución vacia-
da del primer grupo; en que pasa dicha solución através del
segundo grupo de columnas, recogiendo la solución regeneran-
te esencialmente transformada por completo de la última
15 columna del segundo grupo; en que separa la primera columna
del primer grupo; en que se hace de la primera columna del
segundo grupo, la última del primer grupo; en que se intro-
duce una nueva columna, llena con intercambiador iónico sin
tratar, al final del segundo grupo; y en que se repite la
20 operación en total.

El proceso regenerante de acuerdo con este in-
vento, no solamente es aplicable a la preparación de KNO_3 ,
por doble conversión de soluciones de KCl y $Ca(NO_3)_2$ con la
ayuda de un IE, sino que en principio, el proceso puede ser
25 empleado ventajosamente para muchas dobles conversiones en-
tre sustancias ionogénicas, en las que se utiliza una serie
de cargas y regeneraciones sucesivas del IE, de acuerdo con



las antes mencionadas ecuaciones 2 y 3, es decir:



5 cuyas cargas y regeneraciones solamente se interrumpen lavando con agua la cantidad de solución de B_2A_2 o B_1A_1 todavía contenida en el espacio libre situado entre ellas y en los granos de IE. Con objeto de que el invento pueda ser más fácilmente entendido, el modo de realizar prácticamente el invento será descrito ahora con referencia a los dibujos ad-
 10 juntos y en los que:

La figura 1 es un diagrama de conjunto de la regeneración y la figura 2 es un diagrama de conjunto de la carga de las columnas que contienen el intercambiador de iones. En la figura 1, $C_1/C_2 \dots C_m$ representan el primer grupo de un número limitado de columnas (m) ordenadas en series; $D_1, D_2 \dots D_n$ es un segundo grupo de un número limitado (n) de columnas ordenadas en series; E_v y C_r representan respectivamente un evaporador y un cristalizador, dispuestos entre los dos grupos de columnas que van a ser regenerados. En la figura 2, $E_1, E_2 \dots E_p$ representan una serie de un número limitado (p) de columnas que van a ser cargadas.

Al realizar el proceso de regeneración de acuerdo con este invento, se admite en la primera fase una solución de B_1A_1 para la primera columna, después de lo cual la solución pasa a través de las siguientes columnas C. De este modo se crea un estado virtualmente estacionario en este
 25



grupo de columnas, de suerte que el IE se regenera completa-
 mente en la columna C_1 , después de cierto tiempo y por con-
 siguiente solamente contiene $B_1.IE$, conteniendo las siguien-
 tes columnas un IE que, hasta cierto punto, se regenera con
 5 iones B_1 pero contiene igualmente iones B_2 , de tal modo que
 la proporción $B_2 / B_2 + B_1$ sobre el IE, muestra un continuo
 incremento por columnas, en la dirección de la corriente lí-
 quida. La última columna C_m contiene pues un IE todavía
 incompletamente regenerado y el líquido que se vacía de es-
 ta columna consiste en una solución conteniendo, tanto B_1A_1
 10 como B_2A_2 en la que la proporción $B_2 / B_1 + B_2 = y_1 < 1$. La
 segunda fase consiste en que el líquido obtenido de la colum-
 na C_m es liberado de parte de una o ambas de las sustancias
 presentes en solución B_1A_1 y B_2A_1 , por ejemplo: por evapo-
 15 ración y cristalización, con o sin adición de sustancias ex-
 trañas - y ello hasta tal punto que la proporción $B_2/B_1 + B_2$
 se altera y rompe hasta un valor de y_2 en el que $1 > y_2 > y_1$.
 Durante la tercera fase, el líquido obtenido en
 las fases precedentes se introduce en la primera columna del
 20 grupo D, llena con IE que todavía debe ser regenerado y or-
 denada en series, en cuyo proceso esta columna y las siguien-
 tes son atravesadas por el líquido, alcanzándose un estado
 estacionario virtual, en el cual las columnas lleguen a con-
 tener un IE, cargado con ambos iones B_1 y B_2 , de tal suerte
 25 que la última columna (D_n) contenga un IE que tenga que ser
 regenerado todavía casi enteramente como ($B_2 . IE$) y que a
 partir de esta columna se descargue una solución de B_2A_1 que



sea virtualmente libre de B_1A_1 , conteniendo las columnas precedentes un IE con creciente grado de regeneración, significando esto que la proporción $B_2/B_1 + B_2$ sobre el IE, aumenta constantemente desde D_1 a D_n .

5 La columna C_1 completamente regenerada, en cuyo lado se suministra el agente regenerante, se elimina del circuito, después de cierto lapso de tiempo, - el "periodo de regeneración" - mientras que, por la otra mano, se vuelve a completar la serie de columnas mediante la adición de
 10 una nueva columna, todavía completamente por regenerar, en cuyo proceso la entrada y salida de material en los dos grupos de columnas resulta sometida al mismo tiempo a una alteración, de tal modo que la primera columna del grupo D se traslada al grupo C para convertirse en C_m y se inaugura un
 15 nuevo periodo de regeneración en el cual justamente una columna resulta completamente regenerada. Consecuentemente, en la transición desde un periodo de regeneración al siguiente, una columna en uno de los lados de las series de columnas, se elimina del circuito, mientras que en el otro lado se
 20 adiciona otra columna, de suerte que el número total de columnas sometidas al tratamiento de regeneración es siempre el mismo por cada periodo de regeneración. Así, por tanto: la columna C_2 funcionará como columna C_1 en el periodo precedente

25	la columna C_3	"	"	"	C_2	"	"
	" " C_m	"	"	"	C_{m-1}	"	"
	" " D_1	"	"	"	C_m	"	"



La columna D_2 funcionará como columna D_1 en el periodo precedente

" " D_m " " " D_{n-1} " " "

y las columnas
añadidas nueva-
mente

5 " " " D_n " " "

Al final del periodo de regeneración subsiguiente se elimina la columna C_2 del circuito y se cambia la función de las otras columnas de la manera arriba indicada.

10 Característica del proceso fundado en este invento es la división de la regeneración en las tres fases y el cambio correspondiente de la solución que atraviesa el grupo de columnas C y D; durante un periodo de regeneración, mediante lo cual, por ejemplo: una cristalización puede ser realizada en la segunda fase del proceso regenerativo.

15 De este modo es posible, haciendo uso de un número limitado y constante de columnas por un lado, regenerar completamente un IS, evitando el inconveniente que supone si se deja que se forme una zona de transición, cada vez más amplia, moviéndose en el interior de las columnas, y
20 por otro lado, vaciar de la última columna una simple solución de B_2A_1 , libre virtualmente del agente regenerante B_1A_1 , suministrado originariamente a las columnas. Hasta qué punto la composición del líquido debe ser cambiada por la cristalización, es lo que se determina por el exceso del agente
25 regenerante B_1A_1 , suministrado al grupo de columnas C para el periodo de regeneración. Como ya se ha indicado, en todo tiempo en que se inicia un nuevo periodo de regeneración, se



adiciona una nueva columna de $(B_2.IE)$ y se elimina del circuito otra columna con una cantidad equivalente de $(B_1.IE)$. Cuando el número de iones enlazados con el IE es de Q equivalentes por columna y se introduce en la primera columna del grupo C una cantidad de agente regenerante B_1A_1 igual a kQ equivalentes por período de regeneración, - no tomando en consideración la cantidad de solución que se necesita para llenar el espacio libre situado entre los granos de IE - resulta necesario separar del líquido $(k-1)Q$ equivalentes de B_1A_1 mediante cristalización, descargándoles de la columna C_m . Sucede a veces que no se descargue de la última columna, ninguna solución que sea esencialmente libre de B_1A_1 , a pesar de que el exceso de B_1A_1 usado para la regeneración en la segunda fase del proceso regenerativo ha sido eliminado. Para evitar esto resulta aconsejable eliminar también una cantidad relativamente pequeña del líquido regenerante en la segunda fase del proceso regenerativo. Frecuentemente, sin embargo, no resulta posible separar una cantidad de B_2A_1 por cristalización, especialmente si la sustancia B_2A_1 es muy soluble. No obstante, se puede obtener el efecto deseado dejando que se forme, por adición, un compuesto insoluble B_2 en la solución, por ejemplo: el compuesto B_1A_3 precipitará en una solución que contenga ambos compuestos B_1A_1 y B_2A_1 y se disolverá una cantidad equivalente del compuesto B_1A_1 . Esta cantidad nuevamente formada de B_1A_1 habrá de ser eliminada por cristalización todavía, juntamente con el exceso de B_1A_1 que necesite ser eliminado. La cantidad de iones B_2 que de-

205954



ben ser eliminados no puede ser determinada exactamente y tal cantidad tendrá que ser hallada mediante ensayos en aquellos casos en los que se encuentre que después de separar B_1A_1 en la segunda fase del proceso de regeneración la solución, descargada de la última columna, no se halla prácticamente libre de B_1A_1 . En la práctica se ha comprobado que en la mayor parte de los casos resulta suficiente separar una cantidad relativamente pequeña. Con objeto de ser completo, se establece que el acto de cargar las columnas regeneradas puede ser realizado de la manera usual, no improvisada, como se muestra en la figura 2, admitiendo una solución de B_2A_2 en la primera columna del grupo consistente en un número limitado (p) de columnas (E) llenas con ($B_1.IE$) y ordenadas en series, después de lo cual la solución atraviesa las siguientes columnas. Así se crea un estado virtualmente estacionario en esta serie de columnas (E) de modo que el IE en la columna E_1 resulta completamente transformado después de cierto tiempo y por tanto solo contiene ($B_2.IE$), conteniendo las siguientes columnas un IE cargado, hasta cierto punto, con iones B_2 , pero conteniendo igualmente iones B_1 de tal manera que la proporción $B_1/B_1 + B_2$ sobre el IE muestra un continuo incremento por columna, según la dirección de la corriente líquida. La última columna E_p contiene, por tanto, un IE , cargado muy incompletamente; el líquido que ha de vaciarse de esta columna consiste en una solución de B_1A_2 . La columna E_1 completamente cargada

(6)

23



205954

por cuyo lado se introduce el agente que efectúa la carga, se elimina del circuito, después de cierto lapso de tiempo, "el periodo de carga", mientras que por otra parte, se vuelve a completar la serie de columnas, adicionando una nueva columna, destinada para ser cargada completamente todavía, iniciándose un nuevo "periodo de carga" en el cual se carga exactamente una columna por completo. El número total de columnas sometidas a un tratamiento de carga por "periodo de carga" es siempre el mismo; en el nuevo periodo

la columna E_2 funciona como E_1 en el precedente periodo
 " " $E_{(p-1)}$ " " $E_{(p-2)}$ " "
 " " E_p " " $E_{(p-1)}$ " "
 y las nuevas columnas
 15 adicionadas, completamente regeneradas E_p " "

Los siguientes ejemplos ilustran más extensamente la naturaleza del invento y la manera como puede ser puesto en práctica.

20 EJEMPLO 1º: En la preparación de KNC_3 a partir de la solución de KCl y $Ca(NO_3)_2$ con ayuda de un I_e , consistente en estireno sulfonado- el producto normalmente registrado con Downen 50- se usan columnas, conteniendo cada una 100 litros de I_e . La capacidad por columna importaba hasta
 25 218 equivalentes CaO . El espacio libre entre los granos de I_e en la columna tenía un volumen de 40 litros. La regeneración de las columnas, cargadas con iones Ca se efectuaba de tal modo que, durante cada periodo de regeneración, 6 co-

205954



lumnas eran atravesadas por el líquido regenerante; estas 6 columnas estaban ordenadas en 2 grupos de 3 columnas. Durante un periodo de regeneración se introducía una solución con el 37% de KCl en la primera columna del primer grupo a 90°C, 198 Kgr. de solución en total - lo que significa: 3.3 equivalentes o de solución de KCl + 52 kgr. de solución al 37% - que suponen los 40 litros que permanecen detrás del espacio libre situado entre los granos de IE que son eliminados del ciclo, cuando la columna se separa del sistema. De la 3ª. columna del primer grupo se descarga una cantidad total de 196 kgr. de solución, primeramente: los 52 kgr. presentes en el espacio libre y después los 144 kgr. cuya composición media es la siguiente:

$$\begin{array}{l}
 28 \% \text{ KCl} \\
 8 \% \text{ CaCl}_2 \\
 64 \% \text{ H}_2\text{O}
 \end{array}
 \text{ de modo que } y_1 = \frac{\text{equiv. Ca}}{\text{equiv. Ca} + \text{equiv. K}} = 0,28$$

Estos 196 kgr. de solución son concentrados, proceso durante el cual se evaporan 67 kgr. de agua, y el licor es enfriado subsiguientemente, de modo que cristalicen 2.3 equivalentes=37 kgr. de KCl. Después de centrifugar la lejía madre se introducen en la primera columna del 2º. grupo, 92 kgr. poseyendo la composición:

$$\begin{array}{l}
 5,5 \% \text{ KCl} \\
 29 \% \text{ CaCl}_2 \\
 65,5 \% \text{ H}_2\text{O}
 \end{array}
 \quad (y_2=0,88)$$

Durante el "periodo de regeneración" se descargan primero 30 litros de agua de la última columna de este segundo grupo (hallándose agua presente en los espacios libres entre los granos de IE, que fueron desplazados por el líquido de regeneración entrante) después de lo cual se eli-

205954 2246



minan 49 kgr. de una solución compuesta así

0.3	%	KCl
26	%	CaCl ₂
73	%	H ₂ O

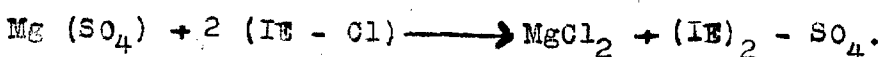
- 5 La primera columna del primer grupo fué completamente regenerada y sacada del circuito, después de lo cual fué adicionada una segunda columna al segundo grupo y se inició otro periodo de regeneración con 6 columnas, ordenadas en 2 grupos de 3 columnas cada uno.
- 10 **E J E M P L O 2º:** Para la preparación del NaNO₃ por doble transformación del NaCl y Ca (NO₃)₂ se emplea el mismo Ie en las mismas columnas descritas en el ejemplo 1º. En el proceso de regeneración del IE cargado con iones Ca se vuelven a emplear 6 columnas en series, ordenadas en 2 grupos de
- 15 tres columnas cada uno. En la primera columna del primer grupo se introdujo una solución de 26% de NaCl a cerca de 20°C de suerte que por cada periodo de regeneración fué suministrado un total de 146,3 kgr. de solución correspondien-
- do con 2 Q equivalentes de NaCl + 40 litros de solución para el espacio libre. Durante este periodo los primeros 40 li-
- 20 tros de solución (unos 48 kgr.) contenidos en el espacio libre, fueron descargados de la 3ª columna del primer grupo, y después, 97,8 kgr. de solución con una composición media de: 8,7 % CaCl₂ + 17,0 % NaCl (y₁ = 0.35) + 74.3% H₂O
- 25 Se añade a esta solución 4.75 kgr. de Na₂CO₃ (89,6 gramos equivalentes) después de lo cual se separa por filtración el Ca CO₃ (4.48 kgr.). Se elimina por evaporación 53.6 kgr. de agua, después de lo cual, mediante enfriamiento y centri-



205954

fugación, 18 kgr. de NaCl se separan de la lejía madre resultante. El resto de la lejía madre - 26.5 kgr. en total - poseyendo una composición de: 13.3 % $CaCl_2$ + 14.5 % NaCl ($y_2 = 0,49$) + 72.2 % H_2O , se introduce en la primera columna del segundo grupo, juntamente con 40 litros, que han sido previamente descargados de la última columna del grupo I. De la última columna de este grupo, se descargan primero: 30 litros de agua por periodo de regeneración y subsiguientemente 36 kgr. de solución que contienen solamente una traza de NaCl juntamente con 19.8 % de $CaCl_2$ y el 80.2 % de H_2O . Un nuevo periodo de regeneración se inicia en el que la primera columna-que ha sido totalmente regenerada en el precedente periodo- se elimina del circuito y se adiciona una nueva columna para ser regenerada.

EJEMPLO 3º: Se preparan cloruro de magnesio y sulfato potásico por doble transformación de $MgSO_4$ y KCl, con la ayuda de un intercambiador de aniones consistente en un poliestireno con N grupos cuaternarios (el producto normalmente registrado Dowex-2). Si se emplea una solución más bien concentrada (>1molar) se ha encontrado que el ion Cl se enlaza más fuertemente con el IE que el ion SO_4 , de modo que la regeneración puede representarse por la ecuación:



Por el mismo camino que en los ejemplos precedentes las columnas contienen 100 litros de IE, siendo la capacidad por columna de $Q = 100$ equivalentes.

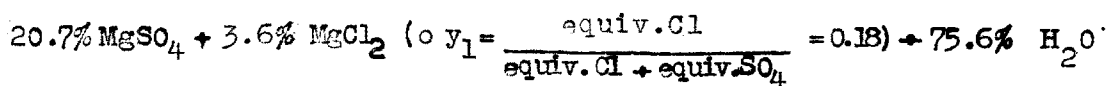
El espacio libre tenía una capacidad de cerca



205954

de 40 litros. 5 columnas se ordenaron en series para cada periodo de regeneración, en cuyo ordenamiento el primer grupo consistía en 3 y el segundo en 2 columnas.

5 A la primera columna del grupo se suministra un total de 172,5 kgr. de solución de $MgSO_4$, por periodo de regeneración, de suerte que queden 5 equivalentes de solución $MgSO_4 + 52 MgSO_4$ retenidos en el espacio libre entre los granos de IE. De la tercera columna del primer grupo se descargaron los primeros 40 litros (cerca de 52
10 kgr. de solución) presentes en el espacio libre y después 119.4 kgr. de solución en total, cuya composición media fué de:



15 Esta solución fué evaporada hasta tal grado que a 25°C, 48.8 kgr. $MgSO_4 \cdot 7$ cristalizasen con $MgSO_4$ lo que se sepa % de la lejía madre remanente (17.2 kgr.) por centrifugación. Esta lejía madre, teniendo la composición:

20 25% $MgCl_2 + 5\% MgSO_4$ (o $y_2 = 0.86$) + 70 % H_2O , fué administrada a la primera columna del grupo 2, juntamente con 40 litros de líquido, vaciado del espacio libre en la última columna del primer grupo.

Por periodo de regeneración, fueron descargados 30 litros de agua de la última columna, después de
25 ello, 27 kgr. de una solución cuya composición era:

17.5 % $MgCl_2 + 1\% MgSO_4 + 81.5\% H_2O$. después de esto se inició un nuevo periodo de regeneración.



205954

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en HOLANDA, el 24 de octubre de 1951, bajo el Número 164.927, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial.

5

---- N O T A ----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

10 1º. Un proceso, para regenerar un intercambiador de iones, por paso de una solución del agente regenerante sucesivamente a través de una serie de columnas, conteniendo el intercambiador iónico, cargado con el ion que debe ser sustituido y retirado el intercambiador de iones regenerado de la primera de las series y una solución del agente
15 regenerante consumido (sustancialmente completamente transformado) de la última de las series, proceso que se caracteriza por dividirse la serie de columnas en dos grupos y pasar

**205954**

un exceso del agente regenerante a través del primer grupo; por separar el exceso de agente regenerante de la solución vaciada del primer grupo; por pasar dicha solución a través del segundo grupo de columnas, recogiendo la solución regenerada, sustancialmente transformada por completo, de la última columna del segundo grupo; por eliminar la primera columna del primer grupo; por hacer que la primera columna del segundo grupo sea la última del primer grupo; por introducir una nueva columna, llena con intercambiador iónico, no tratado todavía, al final del segundo grupo y repetir la operación entera.

2°. Un proceso, como el que se reivindica en la reivindicación 1ª, en el que el exceso de agente regenerante se separa de la solución, descargada del primer grupo de columnas por evaporación y cristalización del agente excesivo, y separación de los cristales.

3°. Un proceso, como el reivindicado en las reivindicaciones 1ª. o 2ª., en el cual - además de separar el exceso de agente regenerante de la solución descargada del primer grupo - una cantidad de un ion, separada del intercambiador de iones, es separada ulteriormente de la solución.

4°. Un proceso, como el reivindicado en la reivindicación 3ª., por el cual la citada cantidad del ion que tiene que ser separada de la solución es precipitada adicionando una cantidad equivalente de un compuesto, incluyendo el ion activo del agente regenerante y formando un com-

205954

23



puesto insoluble con el ion que se debe separar y filtrando el líquido.

5 5º. Un proceso para regeneración de un intercambiador de iones, sustancialmente tal como el descrito para los aniones de los ejemplos específicamente citados aquí.

6º. Un procedimiento para la regeneración completa continua de permutadores iónicos.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, ilustrado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

P. A. 23 OCT 1952

Alberto de Elzaburu
Por Poder

M/L/L.

81

205954

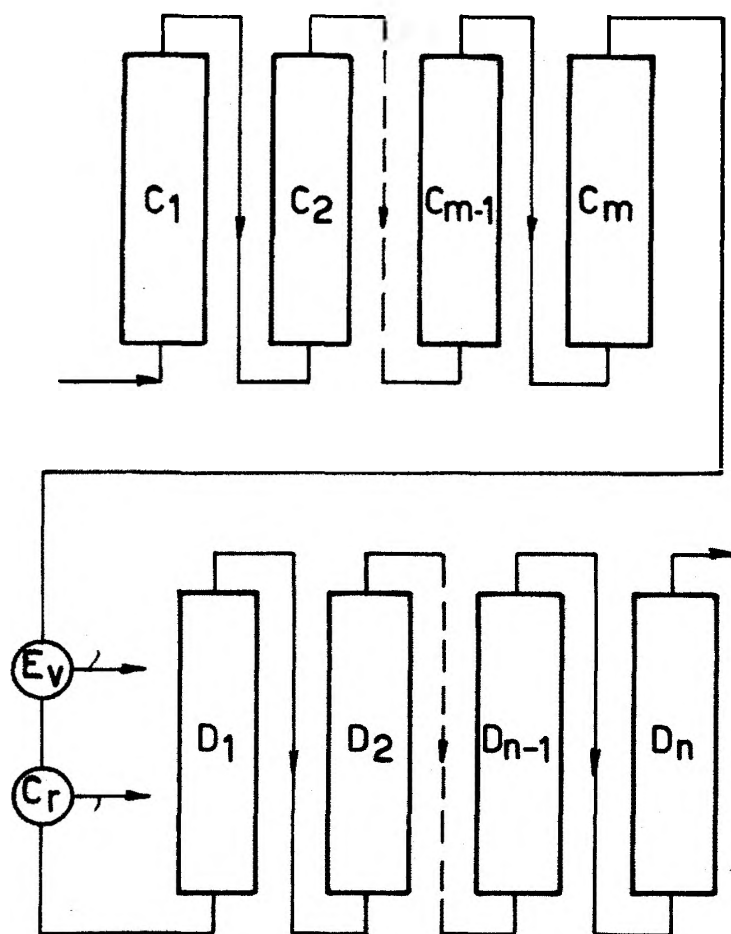


FIG. 1

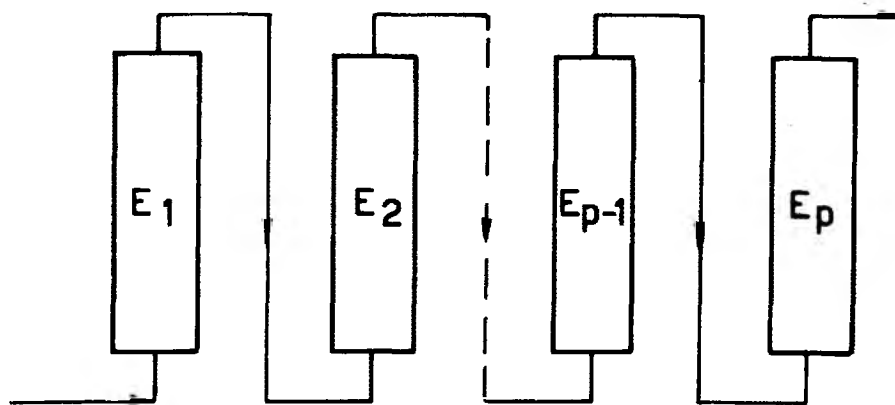


FIG. 2

P. A.
Alberto de Siza
Carl