



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

279970

por "PROCEDIMIENTO PARA FORMAR CRISTALES DE HIELO EN UNA SOLUCIÓN ACUOSA", a favor de la firma estadounidense THE LUMMUS COMPANY, domiciliada en "385 Madison Avenue", New York 17, New York, (Estados Unidos de América).

279970

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para formar cristales de hielo en una solución acuosa, siendo la finalidad de de esta formación separar los referidos cristales de hielo de las expresadas soluciones acuosas, al objeto de extraer agua de las mismas para concentrarlas.

Hasta el presente, el procedimiento comercial primario para desmineralizar el agua de mar consistía en pasar el agua de mar a través de evaporadores de efecto múltiple. Recientemente se han propuesto muchos procesos, en adición al empleo de técnicas de destilación, para desmineralizar el agua de mar, como resultado de la creciente escasez de agua fresca, y la operación generalmente antieconómica de empleo de técnicas d evaporación. Dos de tales procesos están basados en



279970

el uso de técnicas de congelación o técnicas de hidrato.

Esta invención está basada en la utilización de ambas técnicas en un solo proceso, por lo
5 cual podemos desmineralizar agua de mar con sustancialmente menos requisitos de energía que los procesos similares que han sido propuestos hasta ahora. Entretanto que ahora describiremos esta invención en términos de la desmineralización del agua
10 de mar a fin de obtener agua potable, se apreciará que el proceso también es aplicable a la concentración de otros tipos de soluciones acuosas, tales como jugos de frutas, licores de desperdicios derivados de la deslignificación de materiales celulósicos, al igual que en la recuperación de hipoclorito de calcio de la reacción de monóxido de cloro
15 con cal.

Los procesos de congelación que han sido propuestos para la desmineralización del agua de
20 mar pueden ser, básicamente, categorizados en dos grupos. Uno de los cuales utiliza un refrigerante insoluble en agua que es puesto en contacto directo con el agua de mar y es vaporizado ocasionando, de ese modo, que se formen cristales de hielo. Los
25 cristales de hielo son separados de la salmuera en-



279970

riquecida, lavados con agua desmineralizada y de-
retidos para formar agua producto. El otro tipo
de proceso de congelación es aquél donde, por el
intercambio indirecto de calor, se forman crista-
5 les de hielo, se separan y derriten para formar
agua desmineralizada. Las ventajas de utilizar
procesos de congelación sobre los procesos de eva-
poración son muchas, tales como baja transferencia
de calor y requisitos de energía, ausencias de pro-
10 blemas de formación de incrustaciones y similares.

Los procesos análogos a los procesos de
congelación utilizan sistemas de hidrato, y hablan-
do en sentido general, tienen la ventaja adicional
sobre los procesos de congelación de que se pueden
15 usar temperaturas sustancialmente más altas compara-
das con el punto de congelación del agua en el agua
de mar. Un hidrato sólido es una sustancia que se
forma cuando dos o más compuestos son asociados sin
la unión corriente por inclusión parcial o completa
20 de un compuesto en otro.

Según lo discutido en la Patente de los
Estados Unidos de Norteamérica No. 2,974,102, un
gas formador de hidrato, tal como etano, se le aña-
de a un agua salada bajo condiciones apropiadas de
25 temperatura y presión, por lo cual, se forma el



279970

hidrato sólido. El hidrato sólido se separa del
agua salada, enriquecida, y se pasa a una zona de
presión reducida, en la cual, el hidrato se descom-
pone para formar el gas formador de hidrato y agua
5 pura. Una parte del agua producto es reciclizada
a la etapa de separación de hidrato sólido para
remover agua salada, enriquecida, del hidrato só-
lido. Una de las desventajas del método de hidrato
es el pequeño tamaño de los cristales del hidrato
10 y la dificultad para separar el hidrato de la sal-
muera enriquecida.

Un objeto principal de esta invención es,
proveer un proceso para extraer agua de soluciones
acuosas o para concentrar soluciones acuosas, usan-
15 do en una serie de etapas de elaboración ambas téc-
nicas, la de congelación y la de hidrato.

Un objeto adicional de esta invención es,
proveer un proceso para extraer agua de soluciones
acuosas o para concentrar soluciones acuosas, usan-
20 do en una serie de etapas de elaboración ambas téc-
nicas, la de congelación y la de hidrato, por medio
de lo cual se puede realizar más fácilmente la sepa-
ración de sólidos de la solución enriquecida.

Aún, otro objeto de esta invención es,
25 proveer un proceso para extraer agua de soluciones



279970

acuosas o para concentrar soluciones acuosas, usando en una serie de etapas de elaboración ambas técnicas, la de congelación y la de hidrato, en el cual los cristales de hielo son de tal tamaño como
5 para facilitar la separación de los mismos de la solución acuosa enriquecida y para reducir al mínimo la oclusión de soluto en los cristales de hielo.

Aún, otro objeto de esta invención es, proveer un proceso para extraer agua de soluciones
10 acuosas o para concentrar soluciones acuosas, en el cual el calor latente de transformación de fase proporciona los requisitos de energía para el sistema.

Un objeto todavía adicional de esta invención, es, proveer un proceso para extraer agua de
15 soluciones acuosas o para concentrar soluciones acuosas con requisitos de energía sustancialmente reducidos de los que se han obtenido hasta el presente.

Aún, otro objeto de esta invención es,
20 proveer un proceso para extraer agua de soluciones acuosas o para concentrar soluciones acuosas, usando en una serie de etapas de elaboración ambas técnicas, la de congelación y la de hidrato, en las cuales hay una reducción en los requisitos de re-
25 frigeración en ambos, es decir, en términos de



279970

cantidad de refrigerante usado, y en el tamaño de los compresores.

Aún, un objeto adicional de esta invención es, proveer un proceso para extraer agua de
5 soluciones acuosas o para concentrar soluciones acuosas que sigue más estrechamente un ciclo de operación que es termodinámicamente reversible.

Otro objeto de esta invención es, proveer un proceso para extraer agua de soluciones acuosas
10 o para concentrar soluciones acuosas, utilizando las técnicas de hidrato y de congelación, por lo cual se requiere una cantidad mínima de trabajo para la compresión.

Otros objetos y una mejor comprensión de la invención se tendrán haciendo referencia a la
15 descripción siguiente, tomada conjuntamente con el dibujo que es un diagrama esquemático de flujo que ilustra una incorporación preferida de esta invención para extraer agua de soluciones acuosas o para
20 concentrar soluciones acuosas.

Según lo mencionado anteriormente, esta invención utiliza ambos métodos, el de congelación y el de hidrato. Generalmente, de acuerdo con esta invención (según lo descrito con referencia a la
25 desmineralización de agua salada), el agua salada



79970

preenfriada se le pone en contacto con una sustancia formadora de hidrato que forma un hidrato a una temperatura por encima del punto de fusión de hielo en agua. Durante el contacto, una porción menor de la sustancia formadora de hidrato puede ser vaporizada y proporciona una parte de los requisitos de enfriamiento necesarios para formar el hidrato, pero la parte restante de los requisitos de enfriamiento es provista por intercambio indirecto de calor. El hidrato y la salmuera enriquecida son, después de eso, pasados a otra zona, en la cual, se reduce la temperatura de la mezcla de hidrato y salmuera enriquecida a la temperatura de fusión de agua en salmuera, por lo cual, se forman cristales de hielo. Los cristales de hielo y salmuera enriquecida son retirados de la zona y pasados a un separador, en el cual, los cristales de hielo son separados de la salmuera enriquecida y lavados con agua pura. Los cristales de hielo en forma de mezcla son pasados al paso de formación de hidrato y son derretidos, por relación de intercambio indirecto de calor, para proporcionar una parte de los requisitos de enfriamiento para tal paso. Por tanto, una característica importante de esta invención es el ciclo termodinámico, en el cual,



279970

el hidrato es descompuesto mientras que, simultáneamente, se forman cristales de hielo y usar los cristales de hielo, después de separarlos de la salmuera enriquecida, para extraer el calor producido por la reacción formadora de hidrato.

Todos los procesos de congelación que han sido propuestos hasta la fecha, requieren que el refrigerante absorba el calor latente de la formación de cristales de hielo. De acuerdo con esta invención, una porción menor del calor latente de absorción es por evaporación de refrigerante.

Muchas sustancias formadoras de hidrato han sido investigadas. Un hidrato ideal es uno que tiene una alta medida de formación, con un mínimo de sobre-enfriamiento. Otros factores se relacionan con la presión de equilibrio, solubilidad en agua y el costo. Mientras que la mayoría de los hidratos tienen una temperatura de formación por encima del punto de fusión del hielo para una solución acuosa específica, y, mientras que muchos hidratos serán operantes de acuerdo con esta invención, preferiblemente, utilizamos una sustancia formadora de hidrato que tiene una temperatura formadora de hidrato ligeramente más alta que el punto de congelación del agua. Esta temperatura crítica



279970

es la temperatura a la cual el hidrato, solución acuosa, líquido formador de hidrato y vapor, están todos en equilibrio. Para un sistema de dos componentes, la temperatura y la presión son invariantes en este punto. La adición de otro componente, tal como sal, ocasiona un cambio en el punto invariante. Generalmente, la adición de un soluto baja la temperatura de la formación de hidrato, aproximadamente en la misma cantidad que el soluto bajaría el punto de congelación del agua, para cualquier concentración de soluto. Este resultado se desprende del hecho de que el calor latente de la formación de hidrato proveniente de la sustancia líquida formadora de hidrato y agua, es casi la misma que el calor latente de fusión para una cantidad equivalente de agua a hielo.

El objetivo primario en la selección de un sistema de hidrato para ser usado en esta invención es, seleccionar un sistema que logra una condición, por la cual, la transformación de hidrato a cristales de hielo puede ser realizada adiabáticamente, requiriéndose una cantidad mínima de vapor de hidrato para ser comprimida y condensada. También es deseable, seleccionar una sustancia formadora de hidrato que forme un hidrato en una solución



279970

de salmuera a una temperatura de alrededor de 3°C .,
por encima del punto normal de fusión del hielo, de
modo que los calores latentes puedan ser intercam-
biados bajo fuerzas de impulsión de temperatura
5 razonables, pero no excesivas. El propano, como
una sustancia formadora de hidrato reúne los ante-
riores requisitos, casi perfectamente, para el agua
de mar.

Además, de acuerdo con esta invención,
10 podemos lograr una mayor reducción en los requisi-
tos de energía, usando la capacidad de absorción
de calor latente del hielo para retirar calor del
hidrato liberado al reaccionar la solución acuosa
con la sustancia formadora de hidrato.

15 Por tanto, en una incorporación preferida
de esta invención, la temperatura formadora de hi-
drato debe estar por encima del punto de fusión
del hielo, si el calor latente de derretimiento va
a ser usado para absorber el calor latente de for-
20 mación de hidrato. La sustancia ideal, formadora
de hidrato, sería una, para la cual, la temperatura
crítica para la descomposición de hidrato en agua
excediera $\pm 0^{\circ}\text{C}$., en, por lo menos, una cantidad
para la cual la temperatura de transformación sea
25 descendida por el soluto disuelto. En la práctica,



sin embargo, según lo mencionado anteriormente,
usamos una sustancia formadora de hidrato que tie-
ne una temperatura crítica algo más alta que un
sistema ideal, a fin de proporcionar una fuerza
5 impulsora térmica, razonable. Por otro lado, no
es deseable seleccionar un sistema de hidrato que
exceda mucho del mínimo aquí expuesto.

Un objeto de esta invención es, proveer
un proceso por el cual se requiera una cantidad
10 mínima de trabajo de compresión. Este trabajo es-
taría representado por la siguiente ecuación antes
de permitir ineficacia mecánica y para refrigerar
el agua de mar a la temperatura del hidrato:

$$W = H(1 - (492 - T)/T_c)$$

15 donde H es el calor de hidratación por kilogramo
de agua, T es el descenso de la temperatura como
un resultado de soluto en °R, y T_c es la temperatura
crítica en agua pura en °R.

Por esta ecuación se verá, que la tempe-
20 ratura crítica del hidrato (T_c) no debiera ser mu-
cho mayor que la mínima para el menor gasto de
energía W.

La invención será descrita ahora, adicio-
nalmente, haciendo referencia al dibujo que se acom-
25 paña, en el cual:



2

La Figura 1, ilustra un diagrama de flujo que detalla las etapas del proceso para desmineralizar agua salada, de acuerdo con esta invención;

La Figura 2, es un diagrama de fase para sistema de hidrato de propano.

Haciendo referencia a la Figura 1, el agua de mar, en el conducto 10, es pasada por la bomba 12, a través de los preenfriadores 14 y 16, hacia el reactor de hidrato 18. El agua de mar puede ser desaireada, si se deseara, en un desaireador (no mostrado) antes de que pase por los preenfriadores. La desaireación reduce el efecto de gases inertes en la medida de condensación en el hidrato y, también, reduce la corrosión en el reactor de hidrato. El agua de mar es enfriada en los preenfriadores 14 y 16 por intercambio indirecto de calor con chorros de producto y de salmuera de desperdicio, según se describirá más detalladamente en lo adelante, a una temperatura ligeramente por encima de la temperatura formadora de hidrato, para el sistema de hidrato. Alternativamente, el agua de mar puede ser enfriada por intercambio directo de calor contra un fluido intermedio de solubilidad limitada. La sustancia líquida formadora de hidrato es introducida, a través



275970

del conducto 20, en el reactor 18, en el cual, una porción de la sustancia líquida formadora de hidrato es vaporizada para proporcionar una parte del efecto de enfriamiento, necesaria para efectuar la formación del hidrato con la sustancia líquida formadora de hidrato y para mantener el reactor 18 a la temperatura de formación de hidrato. La porción restante del efecto de enfriamiento es provista por la mezcla de hielo que pasa por el reactor 18 en relación de intercambio indirecto de calor con el sistema de hidrato y retirada a través del conducto 24. La formación del hidrato en el reactor 18, reduce el contenido de agua del agua de mar formando, de ese modo, agua de mar concentrada (salmuera). Se contempla que, con ciertos otros sistemas de hidrato, la sustancia formadora de hidrato pueda ser introducida en el reactor 18, en la fase gaseosa, con los requisitos de enfriamiento necesarios, para mantener la temperatura en el mismo a la temperatura formadora de hidrato provista por otros medios.

La mezcla de hidrato y salmuera es sacada del reactor 18, a través del conducto 26, bajo el control de la válvula 28 y se le pasa al reactor 30 de hidrato-hielo. En el reactor 30, se reduce



250070

la presión en la mezcla a una presión, a la cual, se reduce la temperatura de equilibrio del hidrato a la temperatura de formación de hielo. El calor latente requerido para descomponer el hidrato, reduce la temperatura de la mezcla de hidrato y salmuera al punto de congelación de agua en agua de mar, ocasionando, así, que se formen cristales de hielo. La descomposición del hidrato ocasiona que las sustancias formadoras de hidrato pasen a la fase de gas. En el reactor 30 de hielo-hidrato, la descomposición del hidrato se puede efectuar, reduciendo la temperatura de la mezcla de hidrato y salmuera introducida en el reactor 30, pasando un refrigerante en relación de intercambio indirecto de calor a la mezcla de hidrato y salmuera. Tal enfriamiento puede ser efectuado o, en el reactor 30, o, antes de introducir la mezcla de hidrato y salmuera en el reactor. Preferiblemente, según lo mencionado anteriormente, se reduce la presión a fin de lograr más de cerca una transformación adiabática. También se contempla, que la reducción de la presión en el reactor 30 pueda realizarse en etapas, a fin de lograr un tiempo de residencia más corto. Ocasionando que la transformación de la fase de hidrato a hielo se produzca más lentamente, asegura



273070

mejor control sobre el desarrollo de cristales de hielo.

El tamaño de los cristales de hielo formados en el reactor 30, es controlado por la medida
5 de extracción de la sustancia gaseosa formadora de hidrato, del reactor, a través del conducto 32, bajo el control de la válvula 34.

Los cristales de hielo y salmuera enriquecida son sacados del reactor 30, a través del conducto 36, y son pasados a la centrífuga 38. En la centrífuga 38, los cristales de hielo son separados de la salmuera enriquecida y lavados con una pequeña porción de agua desmineralizada, introducida en la misma a través del conducto 40. La salmuera enriquecida se saca de la centrífuga 38, a través del
15 conducto 42, y se le pasa a través de los preenfriadores 16 y 14 para proporcionar una parte de los requisitos para enfriar el agua de mar, entrante, antes de que se le dé salida. Según lo mencionado
20 anteriormente, los cristales de hielo son de tamaño sustancialmente mayor que los cristales de hidrato, facilitando, de ese modo, el paso de separación, y resulta del control sobre el sobreenfriamiento ejercido en la transformación adiabática.

25 Los cristales de hielo, en forma de mezcla,



279970

son sacados de la centrífuga 38, a través del con-
ducto 44, y pasados al triturador 46, en el cual,
se controla la densidad magma de los cristales de
hielo. La mezcla de hielo que sale del triturador
5 16, a través del conducto 22, se le pasa por el
reactor 18 en relación de intercambio indirecto de
calor y proporciona una porción mayor del efecto de
enfriamiento requerido para formar el hidrato por
el calor latente de derretimiento de los cristales
10 de hielo.

Sustancialmente todo el hielo es derreti-
do en el reactor 18 y forma agua desmineralizada,
producto. Una porción menor del agua desminerali-
zada, en el conducto 24, se le pasa por la vía del
15 conducto 40, a la centrífuga 38, para proporcionar
el agua fresca requerida para lavar la salmuera
enriquecida de los cristales de hielo, durante la
separación de estos últimos de la anterior. La
porción mayor del agua desmineralizada, en el con-
20 ducto 24, que forma el chorro producto de esta in-
vención, en lo que pertenece a la extracción de
agua de soluciones acuosas, se le pasa a través del
conducto 48 hacia el condensador 50. El agua pro-
ducto es introducida en el condensador 50 y es di-
25 rectamente contactada con vapores comprimidos y se



279970

le saca del condensador 50 a través del conducto 52, y, después de eso, se le pasa a través del preenfriador 14 y se le saca como producto.

La sustancia gaseosa formadora de hidrato en el conducto 32 es pasada al compresor 54 y, de ahí, hacia el condensador 50, en el cual, una porción de las sustancias formadoras de hidrato, gaseosas y comprimidas, pueden ser condensadas a la fase líquida por contacto directo con el agua producto introducida en el condensador 50, a través del conducto 48. La sustancia líquida formadora de hidrato es extraída del condensador 50, a través del conducto 56, y proporciona una porción de la sustancia líquida formadora de hidrato, introducida en el reactor 18 a través del conducto 20.

La sustancia formadora de hidrato, no condensada, que sale del condensador 50 es pasada, a través del conducto 58 y, conjuntamente con un chorro adicional de sustancia gaseosa formadora de hidrato, en el conducto 60, al compresor secundario 62. La sustancia formadora de hidrato, gaseosa y comprimida, es sacada del compresor secundario 62, a través del conducto 64, y se le pasa a través del condensador 66 bajo el control de la válvula 68 hacia la tambora de evaporación instantánea 70. La



279970

sustancia formadora de hidrato, comprimida, en el
conducto 64 es condensada, después de pasar a tra-
vés del condensador 66 y es introducida en la tam-
bora de evaporación instantánea 70. En la tambora
5 de evaporación instantánea 70, se vaporiza una por-
ción menor de la sustancia formadora de hidrato,
condensada, para reducir la temperatura de la sus-
tancia líquida formadora de hidrato. La sustancia
líquida formadora de hidrato, extraída de la tambora
10 de evaporación instantánea 70 a través del
conducto 72, forma la porción restante de la sus-
tancia líquida formadora de hidrato en el conducto
20 introducida en el reactor 18.

EJEMPLO I

15 Una incorporación preferida de este pro-
ceso para desmineralizar agua de mar es ilustrada
por referencia al siguiente ejemplo de datos de
operación, leídos conjuntamente con el dibujo que
se acompaña. 11,747.25 kgs., por hora de agua de
20 mar teniendo un contenido de sal de alrededor de
3,38 peso por ciento y a una temperatura de alrede-
dor de 29°C., son pasados a través de los preenfria-
dores 14 y 16, en los cuales son enfriados hasta
una temperatura de alrededor de 0°C. El agua de
25 mar, preenfriada, es entonces introducida en el



279970

reactor de hidrato 18 y es puesta en contacto con
513.02 kgs., por hora de propano líquido a una tem-
peratura de 4°C. El reactor de hidrato es manteni-
do a una temperatura de alrededor de 2°C., y a una
5 presión de alrededor de 5.04 kgs/cm², a., y forma
4,295.75 kgs., por hora de hidrato de propano que
está suspendido en la salmuera enriquecida. El
hidrato de propano es formado en etapas sucesivas
del reactor 18 ocasionando, de ese modo, que el
10 agua de mar se concentre más y más con respecto a
la sal y al hidrato suspendido. Sin embargo, es
importante asegurar que el hidrato esté en estado
flúido en todo el reactor.

La mezcla de agua de mar enriquecida e
15 hidrato de propano a una temperatura y presión de
alrededor de 2°C., y 5.04 kgs/cm², a., respectiva-
mente, es sacada del reactor de hidrato 18 y pasada
al reactor 30 de hidrato-hielo. En este reactor,
a la mezcla se le ocasiona que experimente una re-
20 ducción, en forma de etapas, en presión y tempera-
tura, sin medios de intercambio de calor. Este
cambio es primeramente producido, rápidamente, se-
gún el calor de descomposición del hidrato es absor-
bido en la reducción de la temperatura de la mezcla
25 a -3°C., entretanto que la presión está siendo



279970

reducida a 1.40 kgs/cm^2 , a. Una vez que la temperatura alcanza -3°C ., los cristales de hielo comienzan a aparecer y la temperatura y presión permanecen constantes hasta que el hidrato resulta completamente descompuesto dejando así una magma de hielo y salmuera.

La magma es extraída y pasada a una centrífuga 38 baja G. Los cristales de hielo son lavados con alrededor de 5% de su peso con agua fría que es descargada conjuntamente con la salmuera enriquecida. Los cristales de hielo son extraídos de la centrífuga 38 y son llevados con un chorro de agua fría al triturador 46, en el cual se controla la densidad de la magma. La mezcla de hielo es introducida en el reactor de hidrato 18 en relación de intercambio indirecto de calor a los chorros de alimentación, entrantes, en los cuales el calor latente de derretimiento del hielo proporciona una mayor porción del efecto de enfriamiento, requerido para formar el hidrato en el mismo. La mezcla de hielo es extraída del reactor 18, a través del conducto 24, con 5% de la misma proporcionando el agua de lavado en la centrífuga 38. La porción restante forma el chorro producto de 3,781.82 kgs., por hora de agua de mar desmineralizada.



279970

El vapor de propano que sale del reactor 30 de hielo de hidrato, a una temperatura de -3°C ., es comprimido a $3\text{kgs}/\text{cm}^2$., a., y es directamente contactado en el condensador 50 con el agua producto que está a una temperatura de 0°C ., para condensar una porción del vapor de propano. El vapor de propano, no condensado, extraído del condensador 50 es, además, comprimido a $5.95\text{ kgs}/\text{cm}^2$., a., y, después de eso, condensado para la reciclización, conjuntamente con la primera porción condensada de propano, al reactor 18 de hidrato. El agua producto es elevada a una temperatura de alrededor de 12°C ., durante la condensación de la primera porción de vapores de propano que salen de la primera etapa del compresor. El agua producto es, entonces, pasada a través del preenfriador 14 para proporcionar una parte de los requisitos de enfriamiento en la misma y eventualmente sale como producto a una temperatura de alrededor de 28°C . La salmuera enriquecida que sale de la centrífuga 38 en el conducto 42 es pasada por los preenfriadores 16 y 14 y es calentada y sale como salmuera de desperdicios a una temperatura de 28°C .

La entrada ideal de energía es de 15.76 caballos de fuerza-hora por 3,790 litros de producto.



Realmente, el trabajo total es de 21.1 kilowatts-hora por litro de agua producto como un resultado de ineficacia del compresor y requisitos de energía para bombas, centrífugas y similares.

5

EJEMPLO II

Según lo mencionado anteriormente, esta invención puede, también, ser utilizada para concentrar soluciones acuosas, tales como jugos de frutas, licores de sulfito de desperdicios y similares. Por supuesto, debe escogerse una sustancia formadora de hidrato que no le dé un sabor raro al jugo de naranja, cuando sea reconstituido, ni sea dañina al que lo use, en caso de que quede una porción menor de la misma en el jugo concentrado. Entretanto que el concepto básico de esta invención se emplea para hacer grandes cristales de hielo, los pasos de elaboración son llevados a cabo en forma de tanda, y las funciones de las vasijas 18 y 30 del reactor son llevadas a cabo en una sola vasija enchaquetada. Para ilustrar esta incorporación de esta invención, 3,790 litros de jugo fresco de naranja Brix 12° fueron añadidos a 1,895 litros de jugo de naranja Brix 42°, previamente concentrado. La vasija está provista con agitadores Centricone gemelos, opuestos, montados en una chapa de cubierta

10
15
20
25



472010

que tiene un sello estanco al vapor contra las paredes laterales del reactor y una prensa estanca al vapor para el eje de transmisión.

El agua de enfriamiento, a una temperatura de 0°C., es circulada a través del forro de la vasija, mientras que se agita continuamente el jugo de naranja. 791.32 kgs., de Freon 21 son introducidos gradualmente, por un período de una hora, a una medida por la cual la presión en la vasija no exceda de 1.02 kgs/cm²., a. Al finalizar la reacción de hidrato, la presión en la vasija cae por debajo de .63 kgs/cm²., a. En este punto, se para- liza el agua de enfriamiento, circulante, la presión en la vasija se reduce aplicando una succión de 70 mm., absoluto. Freon 21 gaseoso es extraído a razón de 45.4 kgs., por hora. Durante la extracción del vapor, el hidrato de Freon 21 se descompone produciendo cristales de hielo y vapor de Freon 21 que es comprimido a 1.07 kgs/cm²., a., y condensado para la reciclización.

La magma de los cristales de hielo en el concentrado de jugo es, entonces, pasada a una centrífuga de cesta de 91.44 cms., en la cual, los cristales son separados de 2,842.5 litros de jugo Brix 42°, 1,895 de los cuales son reciclizados proveyendo,



27050

de ese modo, 947.5 litros de producto neto. Los
cristales de hielo sacados de la centrífuga son
añadidos a agua helada y la mezcla helada es circu-
lada a través de la vasija enchaquetada, durante
5 el paso de formación de hidrato. Aproximadamente
2,842.6 litros de agua helada son descargados por
tanda de jugo de naranja, tratado.

Mientras que se ha mostrado y descrito
formas preferidas de esta invención, es indudable
10 que pueden aportarse variaciones a la misma y, por
lo tanto, debe interpretarse la invención amplia-
mente dentro del alcance de lo antes expuesto y de
las reivindicaciones anexas.

N O T A

Hecha la descripción del presente inven-
15 te se hace constar, que esta solicitud se acoge
a la prioridad de la solicitud de patente estado-
unidense Serial N° 130.950, depositada el 11 de
Agosto de 1961, y que se declaran como nuevas y de
propia invención las reivindicaciones siguientes:

20. 1.- Procedimiento para tratar solucio-
nes acuosas, concerniendo a la formación de cris-



270970

tales de hielo en dichas soluciones, c a r a c t e
r i z a d o porque en la referida solución acuosa
se forma un hidrato con una sustancia formadora de
hidrato, reduciendo entonces la temperatura del hi-
5 drate a la temperatura de fusión de agua en la solu-
ción acuosa y descomponiendo el hidrato mientras
que, simultáneamente, se forman cristales de hielo.

2.- Procedimiento, según la reivindicación
1, c a r a c t e r i z a d o por formar el hidrato
10 a una temperatura ligeramente por encima del punto
normal de derretimiento del hielo.

3.- Procedimiento, según las reivindicacio-
nes 1 o 2, c a r a c t e r i z a d o porque el hi-
drate se forma alrededor de 3°C ., sobre el punto nor-
15 mal de derretimiento del hielo.

4.- Procedimiento, según las reivindicacio-
nes 1, 2 o 3, c a r a c t e r i z a d o porque la
sustancia formadora de hidrato es un líquido.

5.- Procedimiento, según cualquiera de las
20 reivindicaciones precedentes, c a r a c t e r i z a -
d o porque la sustancia formadora de hidrato es pro-
pano.

6.- Procedimiento, según cualquiera de las
reivindicaciones precedentes, c a r a c t e r i z a -
25 d o porque dicha descomposición produce la sustancia



278970

formadora de hidrato en la fase de gas.

7.- Procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado porque la formación de la fase de gas se usa para efectuar la
5 reducción en la temperatura para la formación del hidrato.

8.- Procedimiento, según las reivindicaciones 6 o 7, caracterizado por extraer la sustancia gaseosa formadora de hidrato
10 durante dicha descomposición en medida tal que controle el tamaño de los cristales de hielo.

9.- Procedimiento, según las reivindicaciones 6, 7 u 8, caracterizado por comprimir y condensar la sustancia gaseosa formadora de hidrato poniéndola en contacto con el agua
15 producida derritiendo los cristales de hielo.

10.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el calor latente de derretimiento de
20 dichos cristales de hielo absorbe una porción mayor del calor latente de formación del hidrato.

11.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por separar dichos cristales de hielo de solución acuosa, y derretir los mismos para formar agua.
25



12.- Procedimiento, según la reivindicación 11, caracterizado por usar una porción del agua formada derritiendo dichos cristales de hielo, para lavar los mismos durante el citado paso de separación.

13.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por separar dichos cristales de hielo de la referida solución acuosa, y pasar esos cristales de hielo, en forma de mezcla, en relación de intercambio indirecto de calor, a la sustancia formadora de hidrato y solución acuosa durante la fase de formación de hidrato, por lo cual, el calor latente de formación del expresado hidrato es absorbido derritiendo dichos cristales de hielo.

14.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por preenfriar la solución acuosa a una temperatura por encima de la temperatura formadora de hidrato, antes de la fase para formar el hidrato.

15.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la fase de descomposición se lleva a cabo bajo presión reducida manteniendo de ese modo condiciones adiabáticas para la descomposición.



279870

16.- Procedimiento para formar cristales
de hielo en una solución acuosa.

Según se describe y reivindica en la pre-
sente memoria que consta de veintiocho hojas folia-
das y mecanografiadas por una sola cara y de una lá-
mina de dibujos.

Madrid, a 10 de agosto de 1962.

THE LUMMUS COMPANY.

p. a.

JAIIME ISEPN MIRALLER

R. P.





275970

Fig. 1.

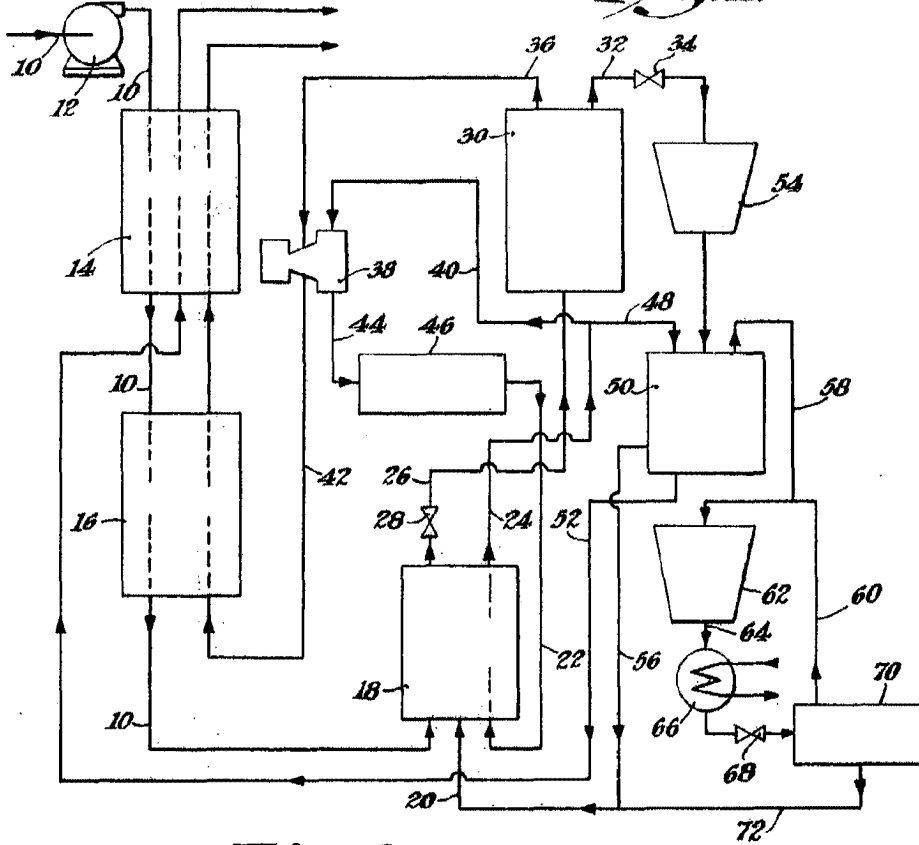
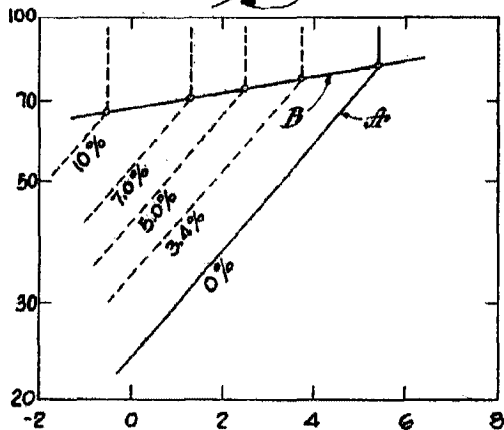


Fig. 2.



Madrid, a 10 de agosto de 1962

JAI ME ISE RN MIR ALLES

Handwritten signature of Jaime Isern Miralles