

28 5569

28 FEB



PATENTE DE INVENCION

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento y aparato para la separación de una sustancia cristalizable, del líquido en que se halla disuelta".

Solicitante: ESSO RESEARCH AND ENGINEERING COMPANY, entidad norteamericana, residente en Elizabeth, New Jersey, EE.UU. de A.

=====

Esta invención se relaciona con un proceso de separación de una sustancia, cristalizable, de un líquido en el que dicha sustancia es soluble a ciertas temperaturas, e insoluble a temperaturas inferiores, en cuyo proceso dicha

5.



- sustancia es cristalizada a partir de una solución mediante contacto a contracorriente con un refrigerante líquido inmezclable de diferente densidad a la solución que contiene a la sustancia a separar,
5. y en cuyo proceso uno de los líquidos es introducido en forma de dispersión densa de gotitas de tamaño uniforme y el otro como fase continua. Se relaciona además esta invención con una centrifugadora y proceso de centrifugación perfeccionados para
10. separar la sustancia cristalizada del licor madre, en el que el medio refrigerante es puesto de nuevo en circulación a través de la centrifugadora para arrastrar los cristales separados. Específicamente, la invención se relaciona con un nuevo proceso de
15. obtención de niveles controlados de transmisión de calor entre dos líquidos inmezclables de diferentes densidades, que comprende el contacto a contracorriente de los líquidos introduciendo uno de ellos en el fondo de la columna en forma de una capa ascendente de una densa dispersión de gotitas
20. de tamaño uniforme e introduciendo el otro líquido por la parte superior de la columna como fase continua.
25. Se han utilizado varios métodos en un intento de hallar un modo práctico de cristalizar sustancias de sus soluciones. Entre ellos han figurado procedimientos con refrigerantes inmezclables, en torres provistas de deflectores. Un eficiente enfriamiento en torres con refrigerantes inmezclables, requería el disponer de un número con-
- 30.

- 3 - 285569

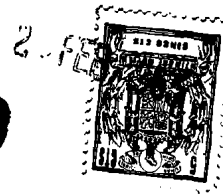
20715



- siderable de platillos o deflectores a fin de obtener un contacto suficiente entre la alimentación y el refrigerante. En algunos casos, para obtener una adecuada transmisión de calor se observó que los deflectores tenían que colocarse con una separación de tres pulgadas solamente. Estas torres con deflectores tenían otras diversas desventajas. Eran relativamente costosas, muy grandes y el material objeto de cristalización tendía a revestir prematuramente los platillos deflectores y tras solo un corto periodo de funcionamiento requerían una minuciosa limpieza. Esto exigía la interrupción del funcionamiento de las torres durante un considerable periodo de tiempo y finalmente se decidió que este proceso era técnicamente impracticable. Se observó que el revestimiento prematuro de los platillos deflectores con material cristizable se debía principalmente a que los platillos estaban mas fríos que la alimentación en contacto con ellos. Esto se debía a que el refrigerante inmezclable en contacto con el lado opuesto del platillo estaba a una temperatura inferior a la de la alimentación en ese punto. Al ponerse en contacto los refrigerantes inmezclables con la alimentación, frecuentemente se producía una emulsión que era muy difícil de separar. Siempre que se emplea una mezcla de dos fases o la pulverización de una fase sobre la otra por métodos convencionales, ocurre una amplia distribución gaussiana de las gotitas. Las gotas extremadamente
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- pequeñas de esta distribución tendrán una velocidad de asentamiento muy reducida. Algunas serán suficientemente pequeñas para quedar permanentemente dispersas debido al movimiento browniano.
5. Esto tendría por resultado una permanente contaminación del producto descristalizado, de la alimentación o del refrigerante. Otra desventaja de los métodos anteriormente empleados en la refrigeración directa era la dificultad de obtener -
 10. unas bajas velocidades de enfriamiento uniformes y controladas, requeridas para un adecuado desarrollo cristalino. Aunque el ritmo medio de enfriamiento para un adecuado desarrollo cristalino puede ser de $-17-16^{\circ}\text{C}$ por minuto para ciertos
 15. materiales, pueden producirse unos ritmos locales de enfriamiento muy superiores a esos valores, debido a las áreas relativamente pequeñas disponibles para la transmisión de calor y a las extensas longitudes de mezcla que caracterizan a este tipo de equipo. Estos ritmos locales de enfriamiento dan lugar a la formación de pequeños cristales que ejercen un efecto adverso desproporcionadamente grande sobre la separación. -
 20. En aparatos de transmisión indirecta de calor, -
 25. por ejemplo en el equipo de cambio de calor de cápsulas y tubos, otra desventaja es la diferencia de temperaturas relativamente grande entre la superficie de enfriamiento y la alimentación que se está enfriando. La reducción de esta diferencia de temperaturas es muy deseable por dos--
 - 30.



- razones. El primer lugar, se mejora el desarrollo cristalino al reducirse la diferencia de temperaturas y en segundo lugar el costo global del proceso de enfriamiento resulta reducido al establecerse una mínima diferencia de temperaturas, puesto que ello reduce las necesidades de refrigeración y permite una recuperación mas eficiente de la refrigeración. Para un determinado nivel de transmisión de calor, la aproximación a la temperatura puede reducirse naturalmente incrementando el área de tal transmisión. Los cambiadores de calor indirectos ofrecen generalmente limitaciones a este respecto como consecuencia de limitaciones mecánicas, agudizándose particularmente el problema por el bloqueamiento que fácilmente experimentarían los elementos internos restringidos con formaciones cristalinas.
- 5.
- 10.
- 15.

- Los intentos anteriores de separación de materiales cristalizados de sus solutos han resultado en muchos casos insatisfactorios debido al desigual y pequeño tamaño cristalino desarrollado en aparatos convencionales de cambio de calor o refrigeración. Las centrifugadoras de pilas de discos no separaron eficazmente estos cristales debido a sus lentas velocidades de asentamiento en el licor madre. Además, ciertos materiales cristalinos se adhieren a la pila de discos o superficie de descarga y producen atascamientos.
- 20.
- 25.

- Como anteriormente se ha dicho, cuando se pulveriza un líquido inmezclable sobre otro, se-
- 30.



- produce una amplia distribución de gotitas. Las gotitas de diferentes tamaños ascenderán por el refrigerante a diferentes niveles, siendo enfriadas algunas al chocar con aquel y quedando otras suspendidas en la torre o fluyendo a contracorriente con el refrigerante. Esta amplia distribución se produce a las superiores velocidades de salida de la pulverización agravándose por un torbellino de fase continua que se forma en la periferia de la cabeza pulverizadora y que constituye una perturbación importante a través de la superficie de dicha cabeza.
- 5.
- 10.

- Un objeto de esta invención es el de proporcionar un sistema de un área interfacial muy grande para una transmisión controlada de calor entre una alimentación a tratar y un refrigerante a fin de obtener una mínima aproximación de temperaturas entre el refrigerante y la corriente de alimentación objeto de tratamiento. Otro objeto de la invención es el de efectuar un directo enfriamiento y mezclarle por contacto para la separación por cristalización factible, evitando la necesidad de elementos internos que se atasquen con el material cristalizado. Otro objeto de mi invención es el de proporcionar un perfeccionado aparato pulverizador que genere gotitas de diámetro uniforme que asciendan en forma de densa capa.
- 15.
- 20.
- 25.

- Otro objeto es el de proporcionar un proceso económico, continuo y comercialmente factible de cristalización que requiere una inversión
- 30.



inicial sustancialmente inferior en equipo, poco o ningún coste de mantenimiento y un gasto mínimo de explotación.

- Otro objeto es el de resolver el problema de las dificultades de emulsión que aparecen en todo sistema en el que se emplea una mezcla íntima de líquidos inmiscibles. Otro objeto de la invención es el de proporcionar una centrifugadora y proceso de centrifugación perfeccionados que permiten la separación de sustancias cristalizadas de sus solutos en centrifugadoras del tipo de discos. Otros objetos de la invención resultarán evidentes para los expertos en materia.
- 5.
 - 10.

- De acuerdo con esta invención, se carga una alimentación conteniendo material cristizable en una columna de tratamiento que carece de elementos internos, a una temperatura superior al punto de congelación del material cristizable, que entra por la parte superior o por la inferior de la columna de tratamiento en forma de densa pulverización. Esta densa pulverización se produce mediante una modificada cabeza pulverizadora y está constituida por gotitas de diámetro uniforme expresamente agrupadas, que ascienden o descienden por la columna como capa de esferas, de acuerdo con la densidad del refrigerante y con el extremo de la columna por donde se haya introducido. Se carga una fase refrigerante líquida continua por el extremo opuesto de la columna respecto a aquel por donde entró la ali-
- 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- mentación, desplazándose a contracorriente respecto a la densa capa de esferas. Debido a la uniformidad de tamaño de las gotitas que forman la densa capa de esferas, aquellas se desplazan uniformemente a modo de estrato por la columna, enfriándose -
5. dichas gotitas que tienen la misma densidad volumétrica a lo largo de la columna a un ritmo controlado. El refrigerante se carga en la columna a una -
10. temperatura inferior al punto de congelación del material cristalizabile presente en la alimentación.
- En el momento en que la densa capa de gotitas alcanza el extremo opuesto de la columna, -
15. parte del material cristalizabile o su totalidad presente en dichas gotitas queda cristalizado. En el extremo opuesto de la torre, los cristales y el soluto forman una mezcla que es retirada de la torre a través de una salida anular, pudiéndose filtrar o centrifugar para separar los cristales del soluto. El refrigerante caliente se retira de la -
20. torre por el extremo opuesto a aquel por donde se retira la alimentación, y se enfría a su temperatura de entrada. Esta técnica de dispersión densa proporciona un método extremadamente eficaz de -
25. transmisión de calor entre dos líquidos inmezclables. Controlando el diámetro de las esferas y la ocupación volumétrica de la fase dispersa, es decir porcentaje de volumen de esferas respecto al -
30. porcentaje de volumen de las esferas mas refrigerante inmezclable, se controlan la velocidad de desplazamiento de las esferas en el refrigerante,



el ritmo de enfriamiento de las esferas en la torre y el nivel de cristalización del material en la alimentación.

- A fin de obtener unas gotitas de tamaño-
5. uniforme de la cabeza pulverizadora, se construyó un deflector anular en la periferia de dicha cabeza, es decir en el borde exterior de la placa perforada, que sirve para desviar el torbellino de la fase continua en reposo de los orificios
 10. situados en el borde exterior de la placa perforada. Los orificios se forman de manera que sobresalgan a fin de obstaculizar el humedecimiento de la superficie de la cabeza pulverizadora. De esta manera, se observó inesperadamente que el
 15. volumen crítico de material a tratar, para una velocidad específica, por encima del cual se producían gotas no uniformes, podía incrementarse en un 80 a un 100% con el deflector anular, respecto al volumen tratable sin tal deflector anular.
 20. Esto es suficientemente superior al nivel de volumen requerido en los sistemas de dispersión densa, de manera que el diámetro de la cabeza pulverizadora será generalmente inferior al diámetro de la columna.
 25. En otra versión de la invención, se efectuaron ciertas modificaciones en una centrifugadora convencional de discos apilados, que permiten el uso de la centrifugadora para separar material cristalizable sin revestir ni atascar la
 30. pila de discos, la periferia del recipiente y la



- abertura de descarga. Conjuntamente con el perfeccionado aparato centrifugador, se ha desarrollado un proceso en el que el refrigerante inmezclable se añade a la centrifugadora como corriente anular separada para arrastrar el material cristalizado mas pesado, para retirarlo de la centrifugadora y para controlar la posición de la interfase entre el material cristalizado y el licor madre en la centrifugadora. Además,
5. el refrigerante se añade también a la alimentación que se carga en la centrifugadora y que proporciona una corriente móvil de líquido sobre la que pueden flotar los cristales y ser separados de la pila en la centrifugadora.
 10. En otra versión de esta invención, se suprimió la cera de aceites de petroleo poniendo en contacto a contracorriente el aceite céreo caliente con un refrigerante inmezclable frío. En esta aplicación, el aceite se pulveriza en la columna de tratamiento en forma de una dispersión densa de gotitas de aceite céreo uniformes que son puestas en contacto a contracorriente con una fase continua refrigerante inmezclable, por ejemplo agua o solución de cloruro cálcico. El refrigerante se carga en la torre como fase continua a una temperatura inferior al punto de vertido del aceite céreo y cristaliza la cera presente en el aceite, que es separada como mezcla de los cristales de cera y aceite de la parte superior de la columna.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



Los cristales de cera pueden separarse de la mezcla usando la centrifugadora perfeccionada antes citada y por filtración.

- En una versión específica de esta invención, se obtiene agua potable para bebidas, aplicaciones agrícolas y otros usos cristalizando agua como hielo de una solución acuosa que contenga sólidos disueltos. Una principal aplicación de esta invención sería la de separar agua del mar en forma de cristales de hielo relativamente puros que subsiguientemente se funden para obtener agua potable. La adaptación de la columna de dispersión densa aquí descrita para desalinizar el agua vence la mayoría de los problemas anteriormente surgidos. Por ejemplo, pueden obtenerse grandes cristales manteniendo una mínima diferencia de temperatura en cualquier punto de la columna a todo lo largo de la misma entre el agua salada a tratar y la fase refrigerante. En este ambiente pueden formarse cristales con la suficiente lentitud para que se desarrollen en un tamaño uniformemente grande, al mismo tiempo que se concede suficiente intervalo durante el desarrollo y cristalización para rechazar cualquier cloruro sódico disuelto u otras sales que se encuentran normalmente encerradas en el cristal de hielo. En un método de realización de este proceso, se usa agua salada como alimentación, que se pulveriza por la parte superior de la torre en forma de una densa dispersión de gotitas
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- de agua salada de diámetro uniforme. La fase re-
frigerante continua se introduce por el fondo -
de la columna y entra en contacto a contrado --
rriente con el agua salda a una temperatura in-
5. ferior al punto de congelación de la misma, que
es suficiente para cristalizar parte del agua -
presente en la solución de agua salada. En una
versión en refrigerante inmezclable frío puede-
10. ser un aceite de petroleo destilado medio rela-
tivamente puro. Se retira del fondo de la torre
de tratamiento una mezcla de cristales de hielo
y licor madre, separándose los cristales de di-
cho licor mediante una centrifugadora de cesta
u otro aparato adecuado.
15. En otra versión de esta invención, se -
tratan soluciones acuosas para obtener solucio-
nes mas concentradas poniendo en contacto a con-
tracorriente la solución acuosa con un refrige-
rante inmezclable frío. En esta aplicación se -
20. pulveriza la solución acuosa en la columna de -
tratamiento en forma de una densa dispersión de
gotitas de tamaño uniforme, que entran en con-
tacto a contracorriente con una fase continua -
refrigerante inmezclable. El refrigerante se -
25. carga en la torre como fase continua a una tem-
peratura inferior al punto de congelación de la
solución acuosa y cristaliza una porción del -
agua presente en la solución, que se separa co-
mo mezcla de cristales de hielo y licor madre -
30. del fondo de la columna. Los cristales de hielo
pueden separarse de la solución acuosa mas con-
centrada o licor madre usando una centrifugado-



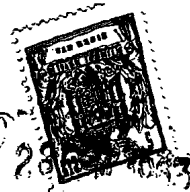
ra de cesta o por filtratación.

- Esta versión tiene aplicaciones específicas en soluciones sensibles a las temperaturas, - por ejemplo bebidas, en las que el sabor o las -
5. vitaminas presentes pueden alterarse o afectarse perjudicialmente por el calor si se emplease éste para concentrar las soluciones por evaporación. Este proceso puede usarse ventajosamente - para conservar en solución concentrada constitutivos volátiles que normalmente serán arrastrados o vaporizados y separados durante la concentración a bajas temperaturas empleando evaporación al vacío o en la cristalización por vaporación de un refrigerante de contacto directo. Así,
10. mismo, puede llevarse a cabo una concentración económica de corrientes acuosas de desechos industriales de acuerdo con este proceso y eliminar con mayor facilidad los materiales de desecho concentrado.
15. La generación de la densa dispersión de gotitas de diámetro uniforme y la eficaz transmisión de calor que se obtiene proporcionan niveles de refrigeración controlados y la formación de cristales relativamente grandes y de tamaño uniforme que se separan fácilmente de la solución de alimentación. Una de las principales ventajas de la técnica de dispersión densa consiste en -
20. que vence la tendencia del material pulverizado en la columna a contramezclarse y canalizarse en la fase refrigerante continua. La estrecha agrupación
25. de las gotitas evita la formación de canales y asegura una distribución uniforme del material en la columna. La estrecha agrupación de las gotitas evita la formación de canales y asegura una distribución uniforme del material en la columna.
30. La estrecha agrupación de las gotitas evita la formación de canales y asegura una distribución uniforme del material en la columna.



- pación de la dispersión densa actúa a modo de -
guía tridimensional que obstaculiza el movimien-
to no uniforme. Las modificaciones introducidas
en el aparato centrifugador permiten por primera
5. vez en las centrifugadoras del tipo de discos un
control automático de la interfase entre los ma-
teriales objeto de la separación sin necesidad -
de interrumpir el funcionamiento de la centrifu-
gadora. La técnica de dispersión densa se aplica
10. fácilmente a la eliminación de cera de crudos to-
talmente céreos o de cualquier fracción de acei-
te de petróleo. Este proceso ha sido también -
adaptado a la separación de agua potable de solu-
ciones salinas. Además, en los casos en que se -
15. emplea esta técnica solamente como medio de cam-
bio de calor entre dos líquidos inmezclables, no
se produce sustancialmente ninguna contaminación
de cualquiera de los líquidos con el otro, debi-
do al tamaño uniforme de las gotas y a la ausen-
20. cia de pequeñas gotitas. Todas estas ventajas --
son el resultado del controlado desarrollo cris-
talino permitido por el nivel controlado de trans-
misión de calor entre el líquido objeto de trata-
miento y el refrigerante inmezclable. El desarro-
25. llo uniforme de los cristales se debe en parte -
al ambiente uniforme que rodea a cada gotita que
contiene material cristalizabile.

La figura 1 es una vista esquemática en
alzado de un aparato cristizador de refrigeran-
30. te inmezclable que contiene dos torres de trans-



- misión de calor, es decir una torre para cristalizar el material cristalizabile de la alimentación y una segunda torre para el cambio de calor entre el refrigerante caliente y el líquido tratado frío del que ha sido separado el material cristalizabile. Este esquema muestra también un medio de cambio de calor externo para proporcionar una refrigeración activa para el refrigerante inmezclable, y un aparato de separación para separar el material cristalizado del soluto.
- 5.
- 10.

La figura 2 de los dibujos es una vista esquemática en alzado de la torre de tratamiento de dispersión densa, que muestra mas detalladamente la forma en que se introducen el material cristalizabile y el refrigerante en la torre.

15.

La figura 3 es una representación gráfica que muestra el efecto de la concentración de las gotitas sobre la relación entre la velocidad de ascenso de la dispersión densa y la velocidad de ascenso de una sola gota en un fluido infinito.

20.

La figura 4 se relaciona con el desparafinado y filtratación de cristales de cera de la mezcla de cera y aceite desparafinado y muestra el efecto de la concentración de la salmuera ocluida en la alimentación al filtro sobre el nivel de filtraje de la mezcla cérica de aceite.

25.

La figura 5 es una vista esquemática en alzado de un aparato cristalizador de refrigerante inmezclable que contiene dos torres de trans-

30.



- misión de calor, es decir, una torre para cristalizar el agua cristalizable de la alimentación y una segunda torre para el cambio de calor entre el refrigerante caliente y el licor madre, tratado y frío del que se ha separado el agua cristalizada. Este esquema muestra también un medio de cambio de calor externo para proporcionar una refrigeración activa para el refrigerante inmezclable y un aparato de separación para separar el material cristalizado del soluto.
5. La figura 6 es una vista esquemática en alzado mas detallada de un esquema propuesto para obtener agua potable del agua del mar.
10. La figura 7 es una vista esquemática en alzado de un aparato centrifugador de discos apilados, usado de acuerdo con esta invención.
15. La alimentación o material del que ha de cristalizarse una sustancia, ha de permanecer en estado líquido bajo las condiciones de pulverización. Por ejemplo, el material cristalizable debe disolverse completamente en la alimentación antes de la pulverización y, después de la cristalización, el soluto debe permanecer en estado fluído-fácilmente manejable para facilitar la separación del material cristalizado respecto al soluto o licor madre. Además, a fin de evitar la formación de una emulsión o arrastre al refrigerante de la alimentación, tiene que haber una suficiente diferencia de densidades entre el refrigerante y la alimentación, de manera que se separen naturalmente
- 20.
- 25.
- 30.



- por efecto de la gravedad. Esta diferencia debe existir aún después de que el material cristalizado se ha separado de la alimentación. Cual -
quier material líquido que contenga una sustancia disuelta y que se cristalice al enfriarse constituirá una alimentación adecuada. El refrigerante debe ser inmezclable o a lo sumo sólo -
parcialmente mezclable con la alimentación. Cuando no resulte deseable que el refrigerante contamine a la alimentación descristalizada, el primero debe ser sustancialmente inmezclable -
con la alimentación. Los otros únicos requisitos del refrigerante son los de que éste sea de una diferente densidad de la de la alimentación y que permanezca en estado de líquido a la temperatura a la que ha de enfriarse la alimentación. Refrigerantes adecuados son el agua, fracciones oleosas, productos químicos puros, salmueras, metales líquidos, etc. Sin embargo, -
ciertos refrigerantes pueden estar adaptados para efectuar simultáneamente reacciones químicas o extracciones.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

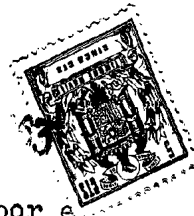
- Los refrigerantes adecuados para desparafinar aceites de petróleo son: agua, sales acuosas, salmueras y similares. En la desalinización del agua, son refrigerantes adecuados -
las fracciones oleosas, aceites vegetales comestibles, Freons, aceite de semilla de algodón, hidrocarburos ligeros normalmente gaseosos y similares.
- 25.
- 30.



- Pueden agregarse varios diluentes a la alimentación de la que ha de cristalizarse el material a fin de mejorar la viscosidad de aquélla al tratarse, de manera que pueda manejarse con mayor facilidad y/o facilite la cristalización y separación de los cristales de la alimentación.
5. Pueden añadirse disolventes para la alimentación así como antidisolventes para los materiales objeto de cristalización. Según sea la alimentación que se trate, pueden usarse disolventes tales como alcoholes, glicoles, cetonas, hidrocarburos, aromáticos, agua, hidrocarburos alifáticos, etc.
- 10.

- También pueden añadirse varios diluentes al refrigerante que ha de usarse para cristalizar la alimentación a fin de mejorar la viscosidad del primero, de manera que pueda manejarse con mayor facilidad y/o faciliten la cristalización y separación de los cristales de la alimentación. Pueden añadirse disolventes para el refrigerante, así como antidisolventes para el material objeto de cristalización. Según sea la alimentación que se trate, pueden emplearse disolventes para el refrigerante tales como hidrocarburos aromáticos, hidrocarburos alifáticos, etc.
- 15.
- 20.
- 25.

- El refrigerante puede ser menos o más denso que una solución acuosa específica tratada. Si el refrigerante es más denso que la alimentación usada, se introducirá en una columna de tratamiento por la parte superior de la misma
- 30.



- y la alimentación a tratar se introducirá por el fondo de la columna. Por otra parte, si el refrigerante a emplear es menos denso que la alimentación tratada, el refrigerante se introducirá en la columna de tratamiento por el fondo de la misma y la alimentación por la parte superior, de la manera que mas específicamente se describe en la presente solicitud.
- 5.
10. La superior eficacia de este proceso, en relación con la transferencia de calor entre refrigerante y alimentación tratada, se atribuye al gran área disponible para la transmisión de calor entre la alimentación pulverizada y la fase refrigerante continua. La característica crítica de mi invención es la manera en que se obtiene la dispersión densa de la alimentación y se pone en contacto con el refrigerante. En la práctica de esta invención, el refrigerante o la alimentación tratada pueden constituir el líquido más denso. Sin embargo, la alimentación a tratar es la que se pulveriza en forma de dispersión densa. Esta dispersión, como anteriormente se ha dicho, se genera pulverizando la alimentación a través de una cabeza pulverizadora modificada de tal manera que, la columna de tratamiento se llene sustancialmente con las gotitas de pulverización que ascienden a una velocidad controlada o, para el material descienden a una velocidad controlada a contracorriente con una fase refrigerante continua.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- Controlando cuidadosamente el diámetro de las gotitas en un orden de $3/8$ a $1/24$ de pulgada, y preferiblemente de $1/4$ a $1/20$ de pulgada, aunque pueden usarse diámetros de $1/2$ a $1/32$ de pulgada, es posible controlar la velocidad de movimiento y ritmo de enfriamiento de la alimentación.
5. El diámetro de las gotitas es generalmente doble al diámetro del orificio a través del cual han sido pulverizadas.
10. Es importante que se obtengan gotitas uniformes de configuración esférica y de una distribución reducida. Si se forman gotitas de diámetro no uniforme, como ordinariamente ocurre en las columnas convencionales de pulverización, cada una de aquellas ascenderá a diferentes velocidades y no podrá obtenerse un enfriamiento controlado de la alimentación. Esto tendrá por resultado una amplia distribución de las partículas de los cristales formados y las partículas más pequeñas producirán una obturación del medio filtrante o no se centrifugarán en unos volúmenes razonables y en campos gravitatorios. Asimismo, puede producirse un grado indebido de contaminación de los cristales, con el licor madre.
15. La densa dispersión de gotitas de diámetro uniforme proporciona una superficie máxima para la transmisión de calor, con el resultado de una máxima eficacia en dicha transmisión desde las gotitas de la solución acuosa al refrigerante y subsiguientemente desde el refrigerante calentado
- 20.
- 25.
- 30.



- hasta el licor madre descristalizado y frío. Con-
trolando el ritmo de carga de una alimentación -
en la torre de tratamiento, los diámetros de las
gotitas y la velocidad de descenso de la disper-
sión densa de la capa de esferas, es posible evi-
tar un enfriamiento brusco por debajo de la tem-
peratura de cristalización y formar cristales -
que sean sustancialmente puros y que puedan sepa-
rarse luego fácilmente del licor madre. Debido a
este medio eficaz de transferencia de calor, la
diferencia de temperaturas entre las dos fases -
en cualquier punto de la columna queda reducida
al mínimo, acentuándose por consiguiente el desa-
rrollo de grandes cristales puros. Todas estas -
ventajas se han obtenido sin que las gotitas de-
la dispersión densa formen aglomerados. Aunque -
las gotitas están muy estrechamente agrupadas, -
no se aglomeran mientras haya un movimiento de -
la fase refrigerante continua a través de la ca-
pa líquida de gotitas. La alimentación a crista-
lizar puede cargarse en la torre de tratamiento
a razón de 15 a 325 pies cúbicos por pie cuadra-
do de sección transversal de la columna por hora,
si bien son preferibles unas proporciones de 35
a 150 pies cúbicos por pie cuadrado por hora; -
sin embargo, también pueden usarse proporciones-
de 25 a 250 pies cúbicos por pie cuadrado por ho-
ra. El ritmo o proporciones de carga de la ali-
mentación en la torre de tratamiento dependerá -
de la temperatura de dicha alimentación, de la -



- temperatura de cristalización final y de la altura de la columna. El ritmo de carga de la alimentación en la torre de tratamiento y de contacto a contracorriente de la misma con el refrigerante -
5. inmezclable es suficiente para proporcionar la - deseada dispersión densa de gotitas que ascienden o descienden por la columna a la velocidad deseada para establecer el necesario grado de transmisión de calor y obtener un adecuado enfriamiento y cristalización de las gotitas. El ritmo de ascenso o descenso de la dispersión densa como capa de esferas se controla más directamente mediante la densidad volumétrica de las gotitas pulverizadas en el refrigerante inmezclable ascendente o -
10. descendente.
15. descendente.

- La diferencia de densidad entre dos líquidos inmezclables puestos en contacto es suficiente para separarlos mediante efecto gravitatorio. La velocidad de ascenso o descenso de la alimentación en la columna es función de la densidad volumétrica y de la velocidad de la alimentación. Todas estas variables ejercen un efecto directo sobre el grado de enfriamiento del material objeto de tratamiento, que naturalmente es crítico. Unos
20. ritmos de enfriamiento de 0,25 a 15°F por minuto pueden emplearse, pero mas preferiblemente se añaden de 1/2 a 7°F por minuto, si bien según sean los -
25. materiales que se traten, el ritmo de enfriamiento puede ser de 1 a 3°F por minuto. Una de las -
30. más importantes variables que afectan a la veloci



- dad de ascenso o descenso del material tratado en la columna de tratamiento es la retención de las gotitas o, dicho de otra manera, la densidad volumétrica de las gotitas en comparación con la densidad volumétrica de las gotitas y de la fase refrigerante inmezclable. La otra es el diámetro de las gotitas, que ha sido ya explicado anteriormente. La retención volumétrica puede ser de 0,35 a 0,80 pies cúbicos de alimentación por pie cúbico de columna usándose preferiblemente una retención de 0,55 a 0,77 pies cúbicos de alimentación por pie cubico de columna. El tiempo de permanencia de la gotita en la torre está determinado, en cierto grado, por el deseado nivel de enfriamiento y la capacidad de enfriamiento. El ritmo y temperatura a que se carga el refrigerante inmezclable en la torre de tratamiento y se pone en contacto a contracorriente con la dispersión densa de gotitas de diámetro uniforme afectan al nivel de enfriamiento obtenido en la alimentación. Los niveles volumétricos de refrigerante son comparables a los de la alimentación y variarán ligeramente con sus respectivos calores específicos y respectivas densidades. La temperatura de entrada del refrigerante en la torre de tratamiento es suficiente para enfriar las gotitas a la temperatura de separación y para cristalizar o precipitar la deseada cantidad de material cristalizable de la alimentación. Esta temperatura será de 1 a 10° por debajo de la temperatura de salida de la ali-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

20 FEB



mentación y de 1 a 10° por debajo de la temperatura mínima de cristalización del material cristizable.

5. Cuando se está tratando una solución acuosa, la temperatura de entrada de la alimentación puede ser ventajosamente aquella inmediatamente superior a la temperatura a la que empieza a cristalizar el hielo a la concentración de los sólidos disueltos presentes en la solución acuosa objeto de tratamiento. Las soluciones a tratar pueden recibirse a temperatura sustancialmente superiores y enfriarse bruscamente a una temperatura inmediatamente superior a la temperatura de cristalización de la solución, de una manera eficaz y económica, usando una torre como la descrita en esta invención como torre de cambio de calor, sólomente. Como variante, el rápido enfriamiento a una temperatura inmediatamente superior a la de los cristales puede efectuarse en cualquier aparato convencional de cambio de calor. De esta manera, puede emplearse toda la capacidad de una particular torre de cambio de calor para desarrollar cristales de elevada pureza, usándose una cantidad mínima de dicha capacidad para reducir la alimentación a su temperatura de cristalización inicial.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

La temperatura de cristalización de cualquier alimentación específica dependerá evidentemente de la cantidad de sólidos disueltos presentes. Unas adecuadas temperaturas iniciales de

30.



- entrada para una alimentación acuosa pueden ser de 20 a 200°F. Mas comúnmente, las temperaturas de entrada de una alimentación acuosa serán del orden de 25 a 70°F. La temperatura de entrada -
5. del refrigerante estará determinada por el ritmo aceptable de enfriamiento de una alimentación específica, el grado de pureza de los desea dos cristales de hielo que se forman y de la - cantidad de agua que se desee separar como --
10. cristales de hielo. Unas adecuadas temperaturas de entrada del refrigerante serán de 30°F a -100°F. Mas comunmente, en la separación de hielo de so luciones acuosas, las temperaturas serán del or den de 20°F a -30°F. El llevar a cabo el proce-
15. so de esta manera puede permitir la separación- efectiva del 5 al 80% en volumen de la solución presente como relativamente pura, hasta crista- les de hielo sustancialmente puros para obtener la deseada concentración y/o pureza del produc-
20. to acuoso.
- Una específica y deseable característi- ca del descrito proceso de refrigeración es la- de que el ritmo de desarrollo de los cristales de hielo puede controlarse de tal manera que se
25. conceda suficiente tiempo a los cristales de hie lo para rechazar impurezas mientras se desarro- llan. El contacto de la matriz cristalina que- se acumula en la región inferior de la torre con el refrigerante afecta ventajosamente la separa
30. ción de cualesquiera impurezas encerradas de la



superficie de los cristales.

El proceso de separación puede llevarse a cabo ventajosamente a la presión atmosférica, aproximadamente. Sin embargo, esto puede cambiar

5. según que se use o no un disolvente para facilitar la reducción de la viscosidad del refrigerante o la cristalización de la solución tratada. Como es deseable mantener todos los reactivos en la fase líquida cuando se usan disolventes volátiles, se emplea suficiente presión para mantener estos disolventes en la fase líquida.

10. Controlando cuidadosamente el ritmo de enfriamiento se obtiene un desarrollo cristalino uniforme de varias alimentaciones acuosas. Pueden formarse cristales de 25 a 1.000 micras dependiendo de las alimentación y de las condiciones de cristalización. Sin embargo, son más comunes cristales de 50 a 400 micras de tamaño.

20. Un desarrollo cristalino uniforme bajo las condiciones controladas del proceso de la invención ha facilitado la separación de materiales cristalizables, por ejemplo agua y cera, de sus diversas soluciones en forma relativa y sustancialmente pura y con una pérdida mínima de sólidos disueltos. Estas separaciones no han sido hasta ahora eficaces o económicamente factibles mediante técnicas con refrigerantes mezclables directos, conocidas en el arte.

25. En una de las principales aplicaciones de este nuevo proceso, se tratan fracciones
30. -

285569



- oleosas de petróleo que contienen del 2 al 98 % de cera, o crudos enteros que contienen del 2 - al 30% de cera y fracciones específicas que con tienen entre el 6 y el 12 % de dicho material,-
5. de acuerdo con este proceso. Según sean las con diciones de operación, puede cristalizarse y se pararse de la alimentación la totalidad o par-- te de la cera. Al tratar aceites de petróleo pa ra separar cera, es deseable bajo ciertas cir -
10. constancias añadir de 1 a 10 - 10 a 1 partes en volúmen de disolvente a la alimentación. Estos- materiales pueden ser disolventes del aceite o antidisolventes de la cera, o bien puedenaña -
15. dirse principalmente para mejorar la viscosidad de la alimentación tratada. También pueden usar se unas relaciones de disolvente a alimentación de 1 a 3 y 5 a 1. Para la mayoría de las alimen taciones que se traten, se emplearán unas rela -
20. ciones entre disolvente y alimentación de 1/1 a 4/1. Por otra parte, al tratar ciertos materia- les de alimentación, por razones económicas y -
25. de acuerdo con el proceso de esta invención, se ha observado que se pueden desparafinar eficaz- mente aceites de petróleo sin la adición de nin
30. gún disolvente. Una de las mejoras en el arte - del desparafinado, que se ha logrado conjunta - mente con esta técnica de dispersión densa, ha sido un método perfeccionado de separación de - la cera cristalizada del aceite desparafinado me diante el uso de una centrifugadora de discos -



- apilados modificada. Se ha descubierto también -
inesperadamente que la inclusión del 8 al 20% en
volúmen de salmuera en la mezcla cristalizada de
aceite parafinado, incluso en ausencia de un di-
solvente, tiene por resultado unos niveles de se-
paración suficientemente elevados para dar a es-
te medio de separación un carácter práctico. Ade-
más, la inclusión de la salmuera en la mezcla de
aceite parafinado comunica suficientemente movi-
lidad a la mezcla para permitir su desplazamien-
to a través de las diversas etapas de este proce-
so. En ausencia de una cantidad crítica de sal -
muera, la cera cuaja en una matriz sólida que no
puede elaborarse.
5. Una adecuada alimentación para este pro-
ceso sería el agua del mar, que contiene como -
contaminador principal un 3,5 % en peso, aproxi-
madamente de cloruro sódico. También se encuen-
tran presentes otras sales en proporciones consi-
derablemente inferiores. Generalmente, una opera-
ción eficaz para obtener agua potable del agua -
del mar incluiría la separación del 10 al 50% -
aproximadamente en volúmen del agua del marina -
como cristales de hielo, cuyos cristales son subg-
siguientemente fundidos para formar el producto
acuoso dulce. Puede separarse más o menos del -
50% de agua, dependiendo de la capacidad de re-
frigeración de que se disponga, así como de otras
consideraciones. Si se dispone sólo de una-
pequeña capacidad de refrigeración, sólo se nece
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- sitará la separación de un 1.0%, por ejemplo, del agua, puesto que ello puede hacerse a una temperatura mucho mayor que la separación del 50% del agua presente. La cantidad máxima de agua que
5. puede separarse sería aproximadamente del 80 al 90% en volumen, ya que en este punto se forman hidratos de cloruro sódico y se produciría una indebida contaminación del hielo a separar. La reducción del cloruro sódico presente en los
10. cristales de hielo separados a 300-500 partes por millón de cloruro sódico da por resultado un producto acuoso potable.

- Otra adecuada alimentación para este proceso es el jugo de naranja fresco. Una composición típica de dicho jugo contendría un 0,005 %
15. de aceite y una relación entre azúcar y ácido de 13/1 aproximadamente. De acuerdo con el proceso descrito, el volumen de jugo fresco de naranja puede reducirse en un 70 a un 80 % mediante la
20. separación del agua cristalizable. La concentración de la pasta de jugo de naranja que resulta puede congelarse y ser enviada como tal o bien podría secarse por evaporación a la temperatura ambiente para formar un concentrado completamente
25. seco.

- En la concentración de jugo de naranja, es importante desde un punto de vista económico reducir al mínimo la cantidad de sólidos disueltos en el jugo que quedan encerrados en los
30. cristales de hielo separados. Sin embargo, la princi



- pal consideración en este caso es la conservación del sabor del producto, careciendo relativamente de importancia la pérdida de cantidades menores de sólidos encerrados o absorbidos. Otra característica de importancia primordial es el desarrollo de cristales de hielo grandes y de tamaño uniforme que pueden separarse fácilmente por filtración o centrifugación u otros procesos convencionales de separación.
5. Otra alimentación específica para el proceso descrito, a efectos de concentración de la misma para facilitar su envío y por economía de embalaje, sería la de bebidas alcohólicas, tales como cerveza, vino o ale. Recientemente se ha puesto gran interés en la provisión de medios eficaces y económicos de concentración de cerveza de tal manera que el sabor y calidad de la misma no resulten afectados, para el siguiente envío y reconstitución en puntos de distribución apartados. Una cerveza que contenga un 3,6 % en peso de alcohol, por ejemplo, puede concentrarse de acuerdo con el proceso anteriormente descrito para separar del 60 al 80% en volumen del agua presente en forma de cristales de hielo, lo cual incrementa la concentración de alcohol al 12,5 % en peso aproximadamente. En este caso también, la composición química de la cerveza, que contribuye a su sabor particular y aceptabilidad, es extremadamente sensible a las temperaturas y en proceso de
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



concentración en frío prescrito tendría por resultado la separación de agua y concentración de la cerveza sin ningún efecto perjudicial sobre el sabor o pérdida de constitutivos volátiles de la misma.

5.

En otra versión específica de esta invención, se concentra una corriente de desechos industriales para facilitar su eliminación y evitar problemas normales de contaminación. Por

10.

ejemplo, los desechos de licores de sulfitos son descargados de las factorías de producción de pulpa en grandes cantidades, conteniendo del 10 al 15% de sólidos disueltos que causan una contaminación inconveniente en ríos y corrientes. El

15.

desecho del licor de sulfito podría enfriarse adecuadamente y concentrarse de acuerdo con la invención hasta un punto próximo a la obtención de sólidos completamente secos. La cantidad menor de sólidos absorbidos presentes en los cristales de hielo separados no constituiría normalmente ningún problema de contaminación y los

20.

cristales de hielo fundidos podrían eliminarse directamente en los ríos o corrientes o bien el agua purificada podría usarse de nuevo en el proceso. Podría eliminarse fácilmente o secarse por evaporación del 15 al 20% en volumen de la mezcla concentrada obtenida, eliminándose los sólidos secados de manera convencional. Este proceso proporciona también un método eficaz y económico de

25.

recuperación de pequeñas cantidades de sólidos

30.

recuperación de pequeñas cantidades de sólidos



disueltos en corrientes derivadas de procesos industriales y de recuperación de minerales de agua dulce y salina.

El equipo usado para poner en práctica esta invención es relativamente sencillo y comprende

5. dos o más torres de cambio de calor sin sistema interno de deflexión, medios para transferir la alimentación y refrigerante entre las torres y un dispositivo para incrementar la refrigeración activa. Como anteriormente se indicó, se requiere un adecuado medio de separación para separar el material cristalizado de la alimentación, por ejemplo un filtro, una centrifugadora o un adecuado dispositivo de extrusión de bomba de tornillo.
10. Cuando el aparato se emplea en un proceso de separación de cera de aceite de petróleo, una unidad de alimentación de 6.000 B/D requeriría una torre de 30 pies de altura y 6-1/2 pies de diámetro aproximadamente. La segunda torre para el cambio de calor entre el refrigerante caliente y la alimentación desparafinada fría sería de dimensiones similares. En la separación de agua de una solución acuosa, puede usarse una sola torre grande o una serie de unidades de diámetro menor que funcionen en paralelo o en serie.
15. La segunda torre para el cambio de calor entre el refrigerante caliente y el licor madre frío es de dimensiones similares o bien puede ser sustituida por adecuados grupos de columnas de diámetro menor dispuestas en haces. La altura y diámetro del aparato
- 20.
- 25.
- 30.

28 FEB



para un proceso específico pueden variarse para adaptarse a la refrigeración y volumen a tratar requeridos en una alimentación específica. Las torres de cristalización pueden ponerse también

5. en funcionamiento en serie en la que las temperaturas de entrada de la alimentación y el refrigerante pueden reducirse en sucesivas torres.

La cabeza pulverizadora usada para introducir las gotitas de diámetro uniforme es importante en esta invención, en el sentido de

10. que permite un mayor volumen de gotitas de diámetro uniforme sin alterar la columna. Esta cabeza pulverizadora produce las gotitas de diámetro uniforme que se agrupan y ascienden en forma de capa, elevándose cada gotita a la misma velocidad que la siguiente, formando una columna de ellas de densidad volumétrica aproximadamente igual a todo lo largo de la torre. La generación de las gotitas de esta manera proporciona el mismo ambiente y proceso de enfriamiento para cada una de ellas en las capas o estratos dénsamente apretados, con el resultado de la obtención de grandes cristales de hielo.

25. Se ha modificado una cabeza pulverizadora convencional para introducir la alimentación en la columna colocando en el borde exterior de la placa perforada un deflector anular que desvía el torbellino de la fase continua estable de los orificios situados en el borde externo de dicha placa. El deflector anular es aproximadamente
- 30.



- damente en altura $1/16$ a $3/16$ del diámetro de -
la placa perforada y se extiende verticalmente
hacia arriba desde el borde exterior de la pla-
ca. Los orificios se forman de manera que sobre-
salgan para obstaculizar el humedecimiento de -
5. la superficie de la cabeza pulverizadora. Esta
modificación de la cabeza pulverizadora permite
la generación de las gotitas de diámetro unifor-
me de la densa dispersión que se requieren para
10. poner en práctica la invención.

- La parte superior de la columna pulveri-
zadora (fig. 2) ha sido modificada de tal mane-
ra que el mezclado normal que se produce entre
dos fluidos cuando se introduce uno en el otro-
15. y cuando se trata de separar uno del otro, re-
sulta considerablemente minimizado. Se evita -
una buena parte del mezclado introduciendo el -
material uniformemente a través de una brecha -
de aire, se ha ideado un aparato que atrapa al-
20. material más pesado y en cierto grado lo separa
del material más ligero objeto de la separación.
El dispositivo para separar el material más li-
gero objeto de la separación. El dispositivo pa-
ra separar el material más ligero se sitúa en -
25. la parte superior de la columna 2 y comprende -
una cámara anular 32 que se extiende todo alre-
dedor de la parte superior de la columna y en -
parte de la longitud de la parte superior de la
columna cilíndrica vertical 2. El coronamiento-
30. de la citada cámara 32 y el de la columna termi

20 FEB



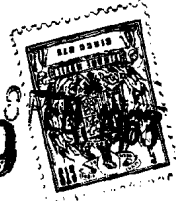
- nan aproximadamente al mismo nivel. El fondo de la citada cámara se extiende en parte de la longitud inferior de la columna y comunica con ésta por medio de aberturas radiales existentes -
5. en la superficie externa de la columna y por medio de aberturas radiales situadas en la superficie interna de dicha cámara. Las aberturas están unidas por un conducto radial 29 que se extiende desde la columna hasta la cámara anular.
 10. Esta última está separada y térmicamente aislada de la columna. Extendidos radialmente desde el coronamiento de la citada cámara anular y comunicando con él a través de las aberturas 33, se encuentran los conductos de salida 51, que -
 15. se extienden horizontalmente en una corta distancia y luego verticalmente hacia abajo aproximadamente hasta el fondo de dicha cámara. Los conductos de salida llevan el material separado a un dispositivo de separación. Mediante el uso
 20. de este nuevo aparato, se retira el material más ligero del coronamiento de la torre, mientras que se da tiempo al material más pesado para separarse del material más ligero en la cámara anular, volviendo de nuevo a la columna 2.
 25. Sin embargo, la invención no ha de limitarse a esta manera de formación de las gotitas de diámetro uniforme, ya que puede usarse cualquier medio en virtud del cual se formen tales gotitas de diámetro uniforme, de acuerdo -
 30. con esta invención, cuyos medios deberán consi-



derarse incluidos en la misma.

- Una de las versiones de esta invención -
comprende modificaciones introducidas en una cen-
trifugadora de pila de discos a fin de permitir-
5. le la manipulación de materiales cristalinos que
normalmente se trabarían y atascarían. Una impor-
tante modificación en la centrifugadora consis-
tió en la provisión de una corriente de reciclo
separada que circulaba alrededor de la superfi-
10. cie interna del recipiente giratorio de la cen-
trifugadora y que se introducía de tal manera que
controlase la situación de la interfase entre re-
frigerante, cristales y aceite. Controlando esta
interfase, el cambio de densidad de la alimenta-
15. ción de mezcla de cera y aceite a la centrifuga-
dora no alteraba la eficacia de separación de es-
ta última.

- De acuerdo con una versión de la inven-
ción, en la que es deseable obtener una sepa-
20. ración preliminar de los cristales de hielo del li-
cor madre, se dispone una rejilla sesgada, un pa-
nel de drenaje o criba, en el fondo de la torre -
de contacto (cuando la alimentación a tratar es-
introducida por pa parte superior de la torre) -
25. que desvía los cristales de hielo y los sepa-
ra del lado de la torre. Los medios de criba pueden
estar por encima o por debajo de los medios de -
entrada del refrigerante. La porción principal -
del licor madre continúa hacia abajo en la torre
30. alrededor de la cabeza pulverizadora del refrige



- rante y se retira del fondo de la torre como licor madre primario. Situando a los medios de criba por encima de la entrada de refrigerante, ésta lava la matriz de hielo acumulada sobre la criba
5. y sustituye parte del licor madre ocluido situado entre los intersticios de la matriz de hielo con líquido refrigerante. Una porción menor del licor madre continúa con los cristales de hielo desviados y es separada de dichos cristales en un
10. aparato separador convencional,, haciéndose referencia a este licor madre por licor madre secundario. Esta característica particular de la invención no es esencial para llevar a cabo la operación de cristalización descrita, constituyendo
15. simplemente una versión específica de la invención. La previsión de una separación preliminar de los cristales de hielo del licor madre reduce el grado de capacidad de separación requerido para separar los cristales de hielo del licor madre.
- 20.

La torre de tratamiento puede recibir la solución a tratar por la parte superior y el refrigerante por el fondo, o inversamente, el refrigerante por la parte superior y la solución a tratar por el fondo. Cualquiera que sea la configuración que se adopte, la solución a tratar es la que se alimenta en forma de dispersión densa de gotitas de diámetro uniforme.

25.

En una versión de la invención, puede usarse una torre principalmente para formar cristales

30.

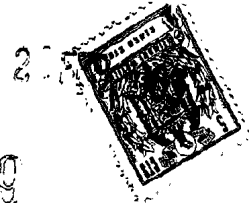


del agua a separar, pudiendose emplear unidades -
adicionales principalmente para lavar los cristales a fin de separar la cantidad restante de sólidos disueltos ocluidos presentes. Tales unidades
5. podrían incorporar el lavado de los cristales con licor madre, refrigerante o con una pequeña cantidad de producto acuoso puro y caliente.

Las nuevas características de esta invención pueden comprenderse quizá mejor con referencia a los dibujos adjuntos.
10.

La figura 1 de los dibujos describe una -
versión de este proceso de separación con refrigerante inmezclable. Una alimentación que contiene un material cristalizante es cargada en la columna de tratamiento 2 a través del conducto 1 a una temperatura suficientemente elevada para poner en solución todo el material cristalizante de la alimentación y para hacer la alimentación suficientemente fluída para su conveniente manejo. La alimentación se introduce en la columna en forma de dispersión densa de gotitas de diámetro uniforme de un tamaño tal que haya un área máximo para cambio de calor entre las gotitas pulverizadas y el líquido refrigerante inmezclable, compatible con la óptima velocidad deseada de ascenso. El líquido, a partir del cual ha de cristalizarse el material, se carga a un ritmo que alcance la deseada densidad volumétrica de gotitas pulverizadas en la fase continua. El ritmo de la alimentación depende en cierto grado de la diferencia de densidad
15.
20.
25.
30.

285569

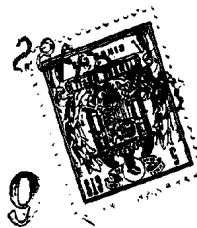


- des entre ella y el refrigerante, así como de la velocidad con que se cargue el refrigerante en la columna 2. La densidad volumétrica de las gotitas en la fase continua, es decir la retención, es suficiente para obtener el deseado ritmo de ascenso en la columna y por consiguiente el deseado ritmo de enfriamiento. La densa dispersión de gotitas pulverizadas asciende por la columna 2 a contracorriente de una fase continua descendente de refrigerante a
5. una velocidad regulada de tal manera que haya suficiente transmisión de calor desde ella al refrigerante para cristalizar la cantidad requerida de material cristalizable presente en la alimentación. El refrigerante inmezclable se introduce a través del
10. conducto 4 a una temperatura seleccionada para cristalizar de la alimentación la totalidad o parte del material cristalizable presente en la misma. El refrigerante se introduce a una velocidad tal que no altere el flujo a contracorriente de las gotitas
15. pulverizadas. Controlando la velocidad de la alimentación y del refrigerante en la columna 2, se regula la velocidad o ritmo de ascenso de las gotitas pulverizadas en la torre, de manera que haya suficiente transmisión de calor desde el refrigerante a
20. la alimentación en la columna para cristalizar el material presente en la alimentación. Controlando cuidadosamente el tamaño de las gotitas y su retención en la columna de cambio de calor, así como la temperatura del refrigerante y la velocidad de
25. alimentación del mismo, se controla el ritmo de enfriamiento
- 30.



- miento de las gotitas de manera que se desarro - llen grandes cristales fácilmente separados del material a cristalizarlo. A fin de mantener una eficaz contracorriente en la columna, la diferen -
5. cia de densidad de los dos materiales a poner en contacto a contracorriente es tal que se separan fácilmente por fuerza gravitatoria bajo las desea - das condiciones de funcionamiento, de forma que el líquido alimentado al fondo de la columna es retirado por la parte superior de la misma, y el
10. líquido cargado por esta parte superior de la columna es retirado del fondo de la misma. La pulve - rizada dispersión densa de gotitas se deja perma - necer en contacto con el refrigerante durante un
15. tiempo suficiente para formar grandes cristales - fácilmente separados y cristalizar todo o parte - del material cristalizable presente. El material cristalizado y el soluto forman una mezcla que - se retira de la parte superior de la columna a -
20. través de un anillo que atrapa toda fase conti - nua arrastrada a través del conducto 3 y es car - gada en un adecuado aparato de separación 5. La presión bajo la cual tiene lugar el contacto a -
25. contracorriente es tal que todos los materiales permanecen en fase líquida. El dispositivo de se - paración 5 separa el material cristalizado del - soluto o licor madre enfriado, cuyo líquido es - - llevado por el conducto 11 a otra columna de cam - bio de calor 9 en la que el licor madre descri -
30. talizado y enfriado es puesto en contacto a con -

285509



- tracorriente con el refrigerante caliente retirado del fondo de la columna 2 a través del conducto 7 y cargado en la columna 9. El refrigerante caliente y el licor madre frío son puestos en contacto a contracorriente en una análoga técnica de dispersión densa a la usada en la columna 2 a fin de conservar la refrigeración. Como las aproximaciones de temperatura en cada una de las columnas se encuentran entre 1 y 10°F, se obtiene una transmisión de calor extremadamente eficaz. El refrigerante enfriado se retira del fondo de la columna 9 a través del conducto 10 y se pone en contacto con un dispositivo convencional de cambio de calor extenso 8, en el que se incrementa la refrigeración compensadora para reducir la temperatura del refrigerante a la deseada temperatura de entrada. El dispositivo 8 de cambio de calor proporciona la refrigeración compensadora de las pérdidas debidas al calor de cristalización del material objeto de cristalización y las pérdidas de refrigeración en las paredes de las torres de cambio de calor y aparatos asociados. La alimentación libre de material cristalizabile, y después del cambio de calor con el refrigerante, es retirada de la torre 9 a través del conducto 12.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

- Se comprenderá la posibilidad de usar más de una torre de tratamiento y una torre de cambio de calor y que la totalidad o parte del material cristalizabile presente en cualquier alimentación pueden ser retiradas en una o más torres de trata
- 30.



miento.

- Esta invención tiene otras utilidades y puede emplearse para concentrar materiales tales como jugos de frutas, leche, licores de desecho, etc., cristalizando parte o la totalidad del agua cristalizable presente, y en cualquier proceso en el que una eficiente transmisión de calor y enfriamiento controlado constituyan características críticas.
- 5.
10. A efectos descriptivos, las figuras 2 y 7 serán explicadas con relación al desparafinado de aceite de petróleo.
15. Con referencia a la figura 2, se carga un aceite de petróleo conteniendo del 6 al 30 % en peso de cera, basado en la alimentación, en la cabeza pulverizadora 24 a través del conducto 1 pasando por las aberturas sobresalientes 29 y al interior de la columna 2 de cambio de calor. Se carga la alimentación a una temperatura superior a su punto de vertido de 50 a 120°F.
20. Cuando es necesario o deseable usar un disolvente en el desparafinado del aceite, se emplea aquel en una relación de 1 a 4 y 4 a 1 de disolvente a alimentación de aceite. El deflector 25.
25. anular 30, que se coloca en el borde exterior de la cabeza pulverizadora 24 que contiene los orificios sobresalientes 29, se extiende verticalmente hacia arriba desde el borde exterior en una distancia de la octava parte del diámetro de la placa pulverizadora y desvía el torbe
- 30.



- llino estable 31 de la fase refrigerante continua hacia el exterior y lejos de las proximidades de la cabeza pulverizadora. La alimentación de aceite parafinado introduce a través de la cabeza pulverizadora 24 forma una densa dispersión de gotitas 20 de diámetro uniforme de 3/8 a 1/20 de pulgada,
5. que ascienden por la columna 2 a una velocidad de 50 a 150 pies por hora. Se introduce la alimentación en la columna a razón de 25 a 250 piés cúbicos por pié cuadrado de sección transversal de la
10. columna por hora. El refrigerante inmezclable en esta aplicación de la invención es una solución acuosa fría que contiene del 0 al 28% en peso de cloruro cálcico, que penetra en la parte superior
15. de la columna desparafinadora 2 a través del conducto 4 vía cabeza distribuidora 28 y brecha de aire 27 a un ritmo aproximadamente igual al de la alimentación de 25 a 250 piés cúbicos aproximadamente por pié cuadrado de sección transversal de
20. la columna por hora y a una temperatura de -40 a +60°F. La fase de salmuera fría forma contacto a contracorriente con la dispersión densa ascendente de gotitas de aceite, enfriándolas a un ritmo controlado de 1 a 4 °F por minuto. Al enfriarse -
25. las gotitas de aceite, la cera presente en ellas cristaliza. En la parte superior de la torre se encuentra una mezcla de salmuera, cera y aceite.
- El aceite parafinado frío se separa de la salmuera fría a través de una trampa anular 23 para la
30. salmuera via aberturas 29 y 33.



los dibujos, la mezcla cristalizada de aceite y -
cera retirada vía conducto 3 (fig. 1) y con un 10
a un 15 % aproximadamente en volúmen de concentra-
ción total de salmuera, se carga en la centrifu -
5. gadora de pila de discos a través del conducto --
133. En esta versión particular, en la que se usa
la centrifugadora para separar cristales de cera
de aceite desparafinado, el refrigerante elegido
es uno que tenga una mayor densidad que los cris-
10. tales de cera o el aceite desparafinado. Sin em -
bargo, es de destacar la posibilidad de usar un -
refrigerante de menor densidad que los cristales
de cera y el aceite para cristalizar la cera, -
añadiéndose la salmuera, mas densa, inmediatamente
15. te antes de la operación de contrifugación. La -
salmuera, que es mas densa que la alimentación, -
forma un revestimiento sobre los discos 135 sobre
los cuales pueden flotar los cristales de cera -
134 sin revestir ni taponar las superficies de -
20. los discos. La salmuera reviste también las super -
ficies internas del cono divisor 137. La rotación
circular de la centrifugadora impulsa a los cris-
tales de cera, que son mas densos que el aceite, -
hacia el exterior, concentrando en la interfase -
25. 140, mientras el aceite, mas ligero, es retirado
de la parte superior de la centrifugadora a través
del conducto 142. Se introduce una corriente sepa -
rada de salmuera de recicló a través del conducto
128, que controla la posición de la interfase 140
30. y gradualmente acarrea los cristales de cera acu-



- mulados desde la interfase 140, retirando la solución de salmuera a través de la abertura de descarga 141. El cono divisor 137 y la cápsula exterior del recipiente 139 de la centrifugadora proporciona las superficies de contención de la corriente 145 de salmuera de reciclo tras su separación de la centrifugadora. Los cristales de cera flotan hacia la superficie de la salmuera y son retirados de ésta por despumado de su superficie o por desagüe o drenaje de la salmuera respecto a los cristales de cera. La pequeña cantidad de salmuera que permanece en los cristales separado es retirada por fusión de dichos cristales y decantación de la inferior capa de salmuera.
5. Controlando el ritmo de reciclo de la corriente de salmuera, se regula la cresta "h" de la salmuera en el orificio de descarga 141 en cuanto a su altura. Esto a su vez regula la posición de la interfase entre aceite y salmuera, 140, respecto a la abertura periférica en el cono divisor 137, que determina la cantidad de cera acarreada por la corriente de salmuera 145. A fin de obtener una separación eficiente de aceite respecto a la cera, es necesario situar con precisión la interfase entre aceite y cera de manera que no pase al exterior ninguna cera con el aceite y pase una cantidad mínima de aceite al exterior con la cera. Hasta ahora, la precisa situación de la interfase solo podía conse-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- guirse seleccionando cuidadosamente el radio H -
de retención o represamiento del anillo del acei -
te. Toda variación en las densidades de los mate -
riales de alimentación cargados en la centrifu -
5. gadora o en la concentración de sólidos, produ -
ciría una nueva colocación o situación de la in -
terfase 140 previamente establecida, requirien -
do la detención del funcionamiento de la centri -
fugadora y el reajuste del radio de represamien -
10. to del anillo del aceite. Asimismo, el uso de la
corriente de reciclo de la salmuera ha evitado -
la necesidad de usar estrechas toberas de descar -
ga periféricas, empleadas en máquinas convencio -
nales y que tienden a obturarse.
15. El refrigerante inmezclable caliente re -
tirado del fondo de la columna 2 (figura 1) a -
través del conducto 7 es llevado a una columna -
similar de contacto de dispersiones densas, don -
de experimenta un cambio de calor con el aceite -
20. desparafinado y enfriado a fin de conservar la -
refrigeración.
- En una aplicación de esta invención, -
aceites parafinados que contienen suficiente ce -
ra para ejercer un efecto indeseable sobre los -
25. puntos de vertido del aceite, formar una nebli -
na de cera, hacer el aceite demasiado viscoso o
aceites parafinados de los que es deseable sepa -
rar la cera como producto principal, pueden ser -
tratados. En el desparafinado de aceites de pe -
30. troleo puede añadirse suficiente disolvente o di

285569



- luyente para dar al aceite suficiente fluidez para una fácil separación. A veces se usan también disolventes para facilitar la separación de la masa de cera del aceite desparafinado. También pueden
5. añadirse indisolventes de la cera a las alimentaciones, que facilitan la cristalización de la cera del aceite. Estos indisolventes pueden ser al mismo tiempo disolventes del aceite. Aunque pueden usarse muchos y diferentes refrigerantes inmiscuibles para una directa refrigeración con el aceite parafinado a tratar, uno de los refrigerantes preferidos es una solución de salmuera en cloruro clásico. La concentración del cloruro cálcico en el refrigerante es suficiente para mantener la deseada diferencia de densidad entre él y la alimentación que ha de ser desparafinada y para disminuir su punto de congelación a una temperatura inferior a aquélla a la que ha de desparafinarse la alimentación. Para algunas alimentaciones que
 10. pueden desparafinarse a temperaturas superiores al punto de congelación del agua, no es preciso usar cloruro cálcico en el refrigerante acuoso. Los cristales de cera que se separan del aceite desparafinado contienen generalmente cierta cantidad de aceite ocluido o arrastrado. La cantidad de aceite arrastrado puede reducirse sustancialmente mediante un lavado con salmuera, la adición de disolventes desparafinadores y/o la adición de un modificador de cristales para facilitar la
 15. operación de filtración o centrifugación.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

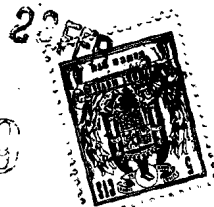
28 FEB



- La figura 5 de los dibujos describe una versión del proceso de cristalización por refrigerante inmezclable, separación y concentración, en el que se introduce una solución acuosa que
5. que contiene agua cristalizable en una columna de tratamiento 202 a través del conducto 201 a una temperatura suficientemente elevada para poner en solución todo el agua cristalizable presente en la alimentación y para dar suficiente
 10. fluidez a la alimentación para que pueda manipularse convenientemente. La alimentación se introduce en la columna en forma de una densa dispersión de gotitas 214 de diámetro uniforme de un tamaño tal que haya un área máxima de cambio de calor entre las gotitas pulverizadas y el
 15. líquido refrigerante inmezclable 215, compatible con la óptima velocidad deseada de descenso. La solución acuosa de la que ha de cristalizarse el agua se introduce a un ritmo que alcanza la
 20. deseada densidad volumétrica de las gotitas pulverizadas en la fase continua. El ritmo de alimentación depende en cierto grado de la diferencia de densidad entre la solución acuosa y el refrigerante, así como del ritmo con que se carga el refrigerante 215 en la columna 202. La
 25. densidad volumétrica de las gotitas en la fase continua, es decir, la retención, es suficiente para obtener el ritmo deseado de descenso en la columna y en consecuencia el deseado ritmo de
 30. enfriamiento. La densa dispersión de gotitas -



- pulverizadas desciende por la columna 202 a -
contracorriente con una fase continua ascendent
te de refrigerante a una velocidad regulada de
manera tal que se produzca suficiente transfe-
5. rencia de calor desde ella al refrigerante para
cristalizar fuera de solución la cantidad re -
querida de material cristalizabile presente en
la alimentación. El refrigerante inmezclable -
215 se introduce a través del conducto 204 a -
10. una temperatura seleccionada para cristalizar
de la alimentación la totalidad o parte del -
agua cristalizabile presente en la misma.
- El refrigerante se introduce a una ve-
locidad tal que no altere el flujo a contracor-
15. rriente de las gotitas acuosas pulverizadas. -
Controlando el ritmo de alimentación y refriger
rante de la columna 202, se regula la veloci -
dad o ritmo de descenso de las gotitas pulveriz
zadas en la torre de manera que haya suficien-
20. te transferencia de calor del refrigerante a -
la alimentación en la columna para cristalizar
el agua presente en la alimentación. Controland
do cuidadosamente el tamaño de las gotitas y -
su retención en la columna de cambio de calor,
25. así como la temperatura del refrigerante y la
velocidad de la alimentación del mismo, se cont
trola el grado o ritmo de enfriamiento de las
gotitas de manera que se desarrollen cristales
grandes de hielo relativamente puros y fácil -
30. mente separados. El desarrollo cristalino con-



trolado da tiempo a los cristales de hielo para rechazar las impurezas al aumentar el tamaño de los cristales. Resultado de esto es la obtención de unos cristales de hielo relativa a sustancialmente puros.

5.

Asimismo, el flujo a contracorriente del refrigerante facilita efectivamente el arrastre de impurezas ocluidas de la superficie de los cristales de hielo que se han agrupado en la zona inferior de la torre. A fin de mantener una

10.

eficaz contracorriente en la columna y el lavado de los cristales de hielo por el refrigerante, la diferencia de densidad de los dos materiales a poner en contacto a contracorriente es

15.

tal que se separan fácilmente por fuerza gravitatoria bajo las deseadas condiciones de operación, de suerte que el líquido introducido en el fondo de la columna es retirado por la parte superior y el líquido introducido por la parte superior de la columna es retirado del fondo de la misma.

20.

La densa dispersión pulverizada de gotitas se deja permanecer en contacto con el refrigerante durante un tiempo suficiente para formar grandes cristales de hielo relativamente puros y fácilmente separados y para cristalizar la totalidad o parte del agua cristalizable presente.

25.

El agua cristalizada y el licor madre forman una mezcla que se retira del fondo de la

30.



- columna 202. Puede efectuarse una separación - preliminar recogiendo los cristales de hielo - sobre una rejilla de alambre 213 y dejando que la mayor parte del licor madre (primario) continúe descendiendo. Como variante, puede retirarse toda la mezcla y separarse de manera convencional.
- 5.
- La mezcla de cristales de hielo se introduce a través del conducto 203 en un adecuado aparato de separación 205.
- 10.
- La presión bajo la cual tiene lugar el contacto a contracorriente es tal que la totalidad de los materiales permanece en la fase líquida. El dispositivo de separación 205 retira el material cristalizado del licor madre secundario enfriado que queda, cuyo líquido es retirado a través del conducto 209 vía válvula 222 y añadido al licor madre primario del conducto 221 y llevado a otra columna 209 de cambio de calor en la que la totalidad del licor madre descristalizado y enfriado es puesta en contacto a contracorriente con el refrigerante caliente retirado de la parte superior de la columna 202 vía conducto 207 y llevado a la columna 209. El refrigerante caliente y el licor madre frío son puestos en contacto a contracorriente de manera similar a la técnica de densa dispersión usada en la columna 202 a fin de recuperar la refrigeración.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Como las aproximaciones de temperatu -



- ras en cada una de las columnas pueden estar -
comprendidas entre 1 y 10°F, se obtiene una -
transmisión de calor extremadamente eficaz. El
refrigerante enfriado es retirado de la parte
5. superior de la columna 209, a través del con -
ducto 210 y puesto en contacto con un dispositi -
vo convencional 208 de cambio de calor exter
no en el que se incrementa la refrigeración -
compensadora para reducir la temperatura del -
10. refrigerante al nivel de entrada deseado. El -
dispositivo 208 de cambio de calor proporciona
la refrigeración compensadora de las pérdidas -
debidas al calor de cristalización del material
objeto de cristalización y de las pérdidas de
15. refrigeración en las paredes de las torres de
cambio de calor y aparatos asociados. Como va -
riante, el refrigerante puede contener un re -
frigerante volátil y puede establecerse una re
frigeración compensadora dejando que parte de -
20. este material se vaporice exteriormente a la -
torre, enfriándose así el refrigerante. El li -
cor madre, libre del 5 al 95% de agua cristali
zable, y después del cambio de calor con el re
frigerante, es retirado de la torre 209 a tra -
25. vés del conducto 212.

Se entiende la posibilidad de usar más
de una torre de tratamiento y una torre de cam
bio de calor en serie o en paralelo, como asi -
mismo que la totalidad o parte del agua crista
lizable presente en una solución acuosa pueden

30.



ser separadas en una o más torres de tratamiento. Cuando las torres se usan en serie, pueden ponerse en funcionamiento a temperaturas sucesivamente inferiores.

5. Seguidamente se describirá un plan detallado para la separación de agua potable de agua salina, con referencia a la figura 6 de los dibujos.

10. En la torre 309, del 10 al 30 % en peso del agua presente en el agua salada es cristalizado de una solución en forma de cristales de hielo que descienden por la torre hasta que entran en contacto con la criba 312. Los cristales de hielo se agrupan en la zona inferior de la torre sobre la criba formando una matriz cristalina que es lavada por el refrigerante entrante. Los cristales de hielo son separados de la mayor parte del licor madre por la criba 312 y desviados hacia el conducto 310, continuando el descenso del licor madre, que se retira del fondo de la columna 309 a través del conducto 314 como licor madre primario a una temperatura comprendida entre 1 y 10°F de la temperatura de entrada del refrigerante.

25. En esta versión se usan cinco torres de cambio de calor, de las cuales sólo una se usa para cristalizar agua. El agua salada se introduce aproximadamente a la temperatura ambiente en la torre 303 a través del conducto 301 y se pone en contacto a contracorriente con la ali -
- 30.

28 FEB



- mentación fría de refrigerante de aceite hidrocarburo inmezclable en la torre 303 a través del conducto 305. El refrigerante frío es parte del refrigerante que se usó para congelar el
5. agua en la torre 309 y, aunque ahora se encuentra por encima de la temperatura de congelación del agua, está todavía suficientemente frío para reducir sustancialmente la temperatura de la alimentación de agua antes de introducir tal ali
10. mentación en la torre de cristalización 309. El refrigerante o el agua salada, indistintamente, pueden pulverizarse como la dispersión densa en las torres de cambio de calor. La uniformidad del tamaño de las gotitas pulverizadas no es importante cuando se usan las torres simplemente
15. como cambiadores de calor; sin embargo, se obtiene una transmisión de calor más eficiente y hay una menor tendencia a la formación de emulsiones cuando las gotitas pulverizadas están
20. agrupadas de una manera relativamente densa y son de un diámetro uniforme.

- La alimentación de agua salada, sustancialmente reducida en su temperatura pero por encima de su temperatura de congelación, es retirada del fondo de la torre 303 de cambio de
25. calor a través del conducto 304, pasando a la torre 302 de cristalización de agua a través de la cabeza pulverizadora 308 en forma de una densa dispersión de gotitas de diámetro uniforme
30. que descienden y entran en contracorriente a contracorriente

20 FEB



- rriente con una fase fría de refrigerante de -
aceite hidrocarburo continua y ascendente, que
se introduce en la torre 309 a través del con-
ducto 310 y de la cabeza pulverizadora 313. El
5. refrigerante se introduce en el fondo de la -
torre 309 a una temperatura sustancialmente in-
ferior al punto de congelación del agua salada
y sale por la parte superior de dicha torre -
309 a una temperatura de 1 a 10°F de la alimen-
tación de agua salada entrante.
- 10.

La mezcla de cristales de hielo que con-
tiene parte de licor madre ocluido, así como -
una cantidad menor de refrigerante (que ha des-
plazado licor madre en la operación de lavado)

15. es retirada de la zona inferior de la torre 309
a través del conducto de salida 310 a una tem-
peratura intermedia a la de cristalización y a
la de entrada del refrigerante. Puede utilizar-
se un adecuado dispositivo de bombeo, no mostra-
20. do, para facilitar el desplazamiento de los -
cristales acumulados de hielo desde la torre -
309 a través del conducto 310 hasta la centri-
fugadora 315. La centrifugadora separa los -
cristales de hielo y todo refrigerante inmez-
clable ocluido del licor madre secundario. Es-
25. te licor sale de la centrifugadora 315 a tra-
vés del conducto 316 y es combinado con el li-
cor madre primario en el conducto 314 por la -
válvula 332 en una sola corriente que circula
30. por el conducto 318. Luego se somete el licor

28 FEB 1963



- madre frío a cambio de calor con refrigerante caliente de la torre 303, introducido en la torre 319 a través del conducto 307, en la citada torre 319 de dispersión densa de una manera similar a la descrita con relación a la torre 303, para recuperar la refrigeración del licor madre frío y para enfriar el refrigerante caliente.
5. El refrigerante caliente, reducido en su temperatura por el cambio de calor en la torre-
10. 319, es retirado a través del conducto 321 y se incrementa en una proporción menor la refrigeración mediante el dispositivo de refrigeración compensadora 333. Luego se combina el refrigerante frío con una porción del refrigerante del
15. conducto 322 que se usó para formar los cristales de hielo en la torre de cristalización 309, y como corriente combinada en el conducto 334 - se mezclan con isobutano líquido mediante una -
20. válvula mezcladora 335, introduciéndose en la torre 323, que contiene el dispositivo de refrigeración primario. En la torre 323 se reduce la presión y el isobutano líquido presente en el refrigerante se evapora, enfriándose así el resto del refrigerante a la temperatura de entrada
25. para la torre de cristalización 309, cuya temperatura es sustancialmente inferior a la de congelación de la solución de agua salada que se está tratando. El refrigerante así enfriado se
30. retira por el conducto 311, quedando listo para su nuevo uso en la torre de cristalización 309.



- El refrigerante de isobutano vaporizado es retirado por arriba a través del conducto - 325 y condensado por el compresor 324. El isobutano líquido comprimido es puesto en contacto -
5. con los cristales de hielo separados procedentes de la centrifugadora 315 en la torre 326, - cuyos cristales son introducidos en la torre - 326 por el conducto 317. Dichos cristales son fundidos por el isobutano relativamente caliente, enfriándose así el isobutano líquido. En la
10. fusión, todo refrigerante oleoso ocluido en los cristales de hielo es liberado y disuelto en el isobutano. El agua fría libre de aceite es retirada del fondo de la torre 326 y puede ser so-
15. metida a un adicional cambio de calor con parte de refrigerante caliente procedente de la torre 303 de cambio de calor, e introducido en la torre 330 por el conducto 336.

- El producto acuoso potable caliente se
20. retira del fondo de la torre 330 por el conducto 331 aproximadamente a la temperatura ambiente. Se retira refrigerante ligeramente enfriado de la parte superior de la torre 330 por el conducto 335, pudiéndose combinar con el refrigerante ligeramente enfriado del conducto 321 y circulándose hasta la torre de vaporación por centelleo 323.
- 25.

- El plan anteriormente descrito representa una máxima conservación de la capacidad de refrigerante, reduciéndose así al mínimo el grado de
- 30.

- 59 - 285569

20 FEB



refrigeración con que ha de incrementarse el sistema. La pérdida principal de refrigeración en este plan será en el equipo.

5. En todo proceso en el que haya de obtenerse agua potable económicamente de agua salada o marina, la conservación de la refrigeración, el eficiente cambio de calor y la pureza del producto acuoso son de la máxima importancia. El plan anterior es una versión que tiene en cuenta
10. todos estos aspectos y proporciona agua potable a un costo mínimo. Evidentemente, variaciones tales como el uso de una o más torres de cristalización en paralelo o en serie se encuentran dentro del campo de la anterior descripción.
15. En la concentración de bebidas y corrientes de desechos, por ejemplo, en las que hay una tolerancia considerablemente mayor en cuanto a empleo de refrigeración y pureza del agua separada, no se requiere tal esquema o plan eficiente.
20. En tales casos, puede utilizarse un plan más sencillo y similar al descrito en la figura 5.
- A efectos de simplificación, se han omitido de los dibujos varias bombas, válvulas de reducción de presión, válvulas mezcladoras y aparatos auxiliares.
- 25.
- En otra versión de esta invención, se concentran bebidas tales como jugos de naranja, limón, uvas, vegetales, soluciones azucaradas, leche, etc., mediante la separación del 65 al 85%
30. aproximadamente del agua presente en la bebida o

285569

28 FEB 1967



- soluciones. El proceso de cristalización enfriado es ventajoso porque no afecta perjudicialmente al sabor y contenido vitamínico de los jugos tratados, obteniéndose unas sustanciales economías en la concentración por congelación respecto a la obtenida por la concentración mediante evaporación del agua presente. En la concentración de los jugos por separación de hielo, puede utilizarse una adecuada temperatura de refrigeración inicial de 25 a 68°F aproximadamente, y preferiblemente de 25 a 35°F, con una temperatura de refrigeración final de 0 a -5°F aproximadamente. La bebida tratada se introduce en la torre o torres de refrigeración en forma de densa dispersión a una temperatura de 25 a 68°F, con una temperatura de salida de 0 a 30°F. El refrigerante se introduce inversamente a una temperatura de -5 a + 25°F y sale de la torre a una temperatura aproximada de 20 a 65°F.
5. De manera análoga, se concentra la cerveza por separación de agua en forma de cristales de hielo. Debido al contenido alcohólico de la cerveza, la temperatura de entrada de 20 a 30°F aproximadamente, que es ligeramente inferior a la empleada para los jugos de frutas, se usa con una temperatura final de -10 a 0°F aproximadamente. Por consiguiente, el refrigerante se introduce a una temperatura de -15 a +25° y se retira a la temperatura de entrada de la cerveza, aproximadamente de 15 a 30°F.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

28 FEB



- teriormente descrito pueden encontrarse en la -
recuperación de sólidos disueltos de corrientes-
acuosas mediante la separación de prácticamente
todo el agua de acuerdo con esta invención. El
5. concentrado líquido puede recuperarse o en cier-
tos casos puede obtenerse un producto separando
la cantidad menor de agua que queda mediante pro-
cesos convencionales de evaporación. Este proce-
so puede emplearse también para purificar sólidos
10. disueltos mediante repetida cristalización
del disolvente acuoso de los sólidos disueltos.

- Este proceso presenta otras evidentes -
utilidades en las industrias farmacéuticas y -
químicas para la deshidratación de productos -
15. químidos, medicinas, vitaminas, antibióticos y
otros compuestos farmacéuticos sensibles al ca-
lor.

La presente invención queda adicional -
mente ilustrada por los siguientes ejemplos.

20. EJEMPLO 1.

- Se pulverizó en una columna de tratamien-
to un destilado medio de Kuwait con ebullición -
del orden de 560 a 640°F, de un punto de nebul-
sidad de 42°F aproximadamente y un punto de ver-
25. tido de unos 40°F y conteniendo aproximadamente
un 12% en peso de cera, en forma de densa dis-
persión de gotitas oleosas de diámetro uniforme
de 0,007 pies aproximadamente. La temperatura -
de entrada de la alimentación fué de unos 70°F.
30. El área de pulverización se protegió contra el

20 FEB 19



- torbellino de la corriente de refrigerante de -
salmuera en fase continua por medio de un deflec-
tor anular de una altura vertical de 1 a 4 pulga-
das aproximadamente. El refrigerante inmezclabe
5. comprende un 28 % de solución de salmuera de -
cloruro cálcico que se introdujo por la parte -
superior de la torre a una temperatura aproxima-
da de -5°F. Las gotitas pulverizadas de aceite-
10. forman una densa dispersión y ascienden como ca-
pa densa de esferas de tamaño uniforme a contra-
corriente con una fase refrigerante descendente
a una velocidad aproximada de 0,015 pie por se-
gundo. La retención del aceite o densidad volu-
métrica de las gotitas de aceite era del 75% -
15. aproximadamente del volumen de la torre. Esto -
proporciona un ritmo de enfriamiento de 2 a 3°F
por minuto aproximadamente. La cera del destila-
do medio cristaliza dentro de las gotitas pulve-
rizadas y forma una mezcla de aceite y cera en-
20. la parte superior de la torre que fué retirada
a una temperatura de 0°F aproximadamente. La fa-
se refrigerante inmezclable continua fué retira-
da del fondo de la torre a una temperatura apro-
ximada de 65°F. Se agregó solución de salmuera-
25. adicional a la mezcla de aceite y cera retirada
de la parte superior de la torre, de manera que
la mezcla contuviese un total aproximado del 12%
en volumen de salmuera ocluída. La mezcla de -
30. salmuera, aceite y cera se envió luego a la cen-
trifugadora que separó la cera del aceite des -



- parafinado. El resultante aceite desparafinado tenía un punto de vertido y de nebulosidad de 0°F aproximadamente. Se observó que la concentración de cera en el destilado medio quedaba reducida al 0% (mediante análisis MEK a 0°F).
5. La separación de los cristales de cera del aceite puede efectuarse por filtración o centrifugación. La adición de un disolvente a la alimentación de aceite parafinado o a la mezcla de aceite y cera precipitada afecta directamente y ventajosamente las proporciones en que pueden separarse el aceite y la cera. Sin embargo, inesperadamente se ha observado que una concentración total del 10 al 15% en volumen del refrigerante de salmuera de cloruro cálcico en la mezcla de aceite y cera, como queda descrito, proporciona un eficaz y económico grado de separación de la cera respecto al aceite sin la adición de un disolvente. Este grado no es tan elevado como el que se obtiene con el disolvente, sin embargo, tiene por resultado unas sustancias económicas del equipo requerido para añadir el disolvente y separarlo del aceite desparafinado, cuyas económicas contrarrestan el mas lento ritmo de separación. Puede verse en la figura 4 de los dibujos que cuando se encuentra ocluido del 10 al 15 % en volumen de salmuera, basado en la mezcla de aceite y cera, se obtienen un ritmo de filtración de 5,5 galones de aceite desparafinado por hora por pié cuadrado,
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- aproximadamente. La oclusión de la salmuera con el aceite durante el enfriamiento produce una masa de cera filtrable sin necesidad de disolvente. Cuando no se añade al aceite salmuera ni
5. disolvente, la masa enfriada de aceite parafinado es imposible de filtrar. Unas mayores proporciones de salmuera, de hasta el 90% por ejemplo, reducen el paso de aceite a través del filtro a 2,6 galones de aceite desparafinado por hora
 10. por pie cuadrado. Aun con la presencia del disolvente, al incrementarse la cantidad de salmuera ocluida, la ventaja conseguida por el disolvente resulta gradualmente anulada, La presencia de la salmuera en la torre de refrigeración mientras se efectúa el enfriamiento ayuda
 15. a evitar que se fijen cristales de cera adyacentes formando una matriz gelatinosa que detiene al aceite. Con salmuera, el sistema permanece
 20. fluído y el líquido aceite-salmuera es liberado o desprendido de la cera. El lavado de la mezcla de cera cristalizada filtrada con salmuera produce aproximadamente una reducción triple en el contenido de aceite ocluido en la cera (del 53 al 19%). El lavado con salmuera presenta una
 25. notable ventaja sobre el lavado con disolvente en el sentido de que no se requiere la operación de recuperación de disolvente. La efectividad
 30. del lavado con salmuera resulta adicionalmente incrementada añadiendo un agente específico de actividad superficial no iónico a la salmuera.

28 FEB



La adición de tan solo el 0,1 al 3% de Tergi -
tol NP-35 (compuesto nonilfenoltóxido comercial
mente obtenible) disminuye el contenido de -
aceite de la cera del 19 al 12% en peso aproxi
madamente .

5.

Se ha observado también que la adición
de una cantidad crítica de un modificador -
cristalino al proceso de separación por centri
fugación o filtración incrementa sustancial --

10.

mente el grado de separación de la cera respec
to a la mezcla de aceite y cera. El modificador
cristalino que ha resultado ser particularmen
te efectivo es el HO-10, que es comercialmente
obtenible y que químicamente consiste en un --

15.

polistireno alquilado que tiene un peso molecu
lar crioscópico de 700 a 3.000. Cuando se aña
de a un destilado medio que ha sido mezclado -
en una relación de 1:1 entre destilado y disol
vente MEK en las proporciones del 0,05 al 0,09%

20.

en peso de modificador respecto a destilado, -
se observó un incremento en el grado de filtra
ción del 300 al 400%. Sin embargo, la eficacia
del modificador está relacionada en cierto mo
do con la concentración de disolvente y salmue
ra presentes en la mezcla a separar.

25.

EJEMPLO 2.

Se diluye con 2 volúmenes de un disol
vente consistente en un 56% de MEK y un 44 % -
de tolueno un material de aceite lubricante -
con punto de ebullición del orden de 850 a -

30.



- 1100°F, teniendo una concentración del 20% en peso de cera, un punto de vertido de 115°F y un punto de nebulosidad de 125°F, y se calienta a una temperatura de 115°F y se pone en contacto a contracorriente con un refrigerante de salmuera en la forma descrita en el ejemplo 1. Se introduce un 28% en peso de solución de salmuera de cloruro cálcico en el refrigerante de cera a una temperatura de -5°F y se pulveriza el aceite lubricante en el fondo del refrigerante en forma de dispersión densa de gotitas de tamaño uniforme de 1/8 de pulgada aproximadamente de diámetro, que ascienden en la columna a contracorriente con la fase refrigerante continua descendente a una velocidad aproximada de 0,018 pie por segundo. Esto proporciona una refrigeración de las gotitas a un ritmo uniforme de 2°F aproximadamente por minuto. Se retira la mezcla de aceite y cera que contiene aproximadamente un 12% en volumen de salmuera ocluida de la parte superior de la torre y se centrifuga de acuerdo con el procedimiento anteriormente explicado. La cera desaceitada resultó contener un 31% en peso de aceite.

25. EJEMPLO 3.

- Se calienta a 200°F un aceite totalmente crudo Zeltén de un punto de vertido de 50 a 55°F y se enfría lentamente con aire a 90°F. Luego se introduce a razón de 350 B/D/pie cuadrado de sección transversal de la columna en
- 30.

28 FEB



- forma de dispersión densa de gotitas de tamaño uniforme con un diámetro aproximado de $3/16$ de pulgada. La densa dispersión asciende por la columna a una velocidad aproximada de 0,02 pie por segundo. A una temperatura aproximada de 37°F penetra agua por la parte superior de la columna a razón de 157 B/D/pié cuadrado de la columna y enfría lentamente las gotitas de aceite crudo a razón de 2° por minuto hasta 40°F a medida que desciende por la columna a contracorriente con las gotitas de aceite ascendentes. El agua sale del fondo de la columna a una temperatura aproximada de 87°F. El aceite crudo enfriado más los sólidos precipitados, son retirados de la parte superior de la columna y enviados luego a la centrifugadora, que separa aproximadamente un 8% de sólidos basado en la alimentación. El aceite desparafinado resultó tener un punto de vertido de 40°F y se recogió para su ulterior elaboración.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 4.

- Un destilado pesado de Kuwait con punto de ebullición del orden de 640 a 730°F aproximadamente, un punto de nebulosidad de 42°F aproximadamente y un punto de vertido de 40°F aproximadamente y conteniendo un 10% en peso aproximadamente de cera, fué puesto en contacto a contracorriente y desparafinado de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1. Se retiró de la parte superior de la torre-
- 25.
- 30.



- de contacto una mezcla de aceite y cera que contenía aproximadamente un 15% en volumen de salmuera ocluída. Esta mezcla se cargó en una centrífugadora de pila de discos de un diámetro nominal de 9 pulgadas que funcionaba a 10.000 rpm.
5. y modificada de acuerdo con una versión de esta invención, según se explica anteriormente, a un ritmo correspondiente a 45 galones de mezcla de aceite y cera por minuto. El correspondiente ritmo de reciclaje de la salmuera para mantener la interfase salmuera-aceite en la deseada posición para la separación de cera, era de 0,97 a 1,91 galones por minuto de salmuera de reciclaje, que compensaría una variación de gravedad específica de la alimentación de aceite de 0,85 a 0,89, respectivamente. Regulando el ritmo de reciclaje de la salmuera, pudo cambiarse la situación de la interfase continuamente sin interrumpir el funcionamiento de la máquina para compensar el cambio de gravedad específica del aceite. Esta invención salva la necesidad de interrumpir el funcionamiento de una centrífugadora sin modificar de pila de discos para cambiar el diámetro de la contención anular a fin de compensar un cambio de gravedad específica en la alimentación de aceite.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

EJEMPLO 5.

- En otro ejemplo de esta invención, se pone en contacto a contracorriente con un refrigerante de aceite comestible ligero, jugo de naran
- 30.

28 FEB



- jas frescas conteniendo aproximadamente un 0,005% de aceite y una relación de azúcar a ácido de 13 a 1 aproximadamente. Se introduce el jugo de naranja como dispersión densa de gotitas de diámetro uniforme y se pone en contacto con la fase refrigerante continua. Se introduce el jugo de naranja en una dispersión densa de gotitas de diámetro uniforme y se pone en contacto con la fase refrigerante continua. Se lleva el jugo de naranja a una primera torre a una temperatura aproximada de 68°F y se enfría rápidamente a unos 30°F en la torre que se emplea solamente como medio de cambio de calor. Luego se pasa el jugo a la parte superior de la segunda torre a una temperatura aproximada de 30°F en cuya torre se pone en contacto a contracorriente y de manera análoga con el refrigerante introducido en el fondo de la torre a una temperatura de 10 a 20°F aproximadamente. Los cristales de hielo se forman inicialmente dentro de las gotitas de jugo de naranja en la parte superior de la torre y se desarrollan a medida que descienden a contracorriente con la fase continua ascendente de refrigerante. Las gotitas de jugo de naranja son enfriadas a razón de 1 a 4 º por minuto, facilitándose la formación de grandes cristales de hielo y concentrándose el jugo de naranja con una pérdida mínima de sólidos disueltos en los cristales de hielo. El enfriamiento de las gotitas de jugo de naranja y el desarrollo de los
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

285569



- cristales se controlan de manera que éstos últimos tengan suficiente tiempo mientras se desarrollan para rechazar los sólidos disueltos, - que de otro modo quedarían ocluidos. Los cristales de agua se separan del fondo de la columna con la solución concentrada de jugo de naranja, resultando tener un tamaño comprendido entre - 200 y 500 micras. Se hallan presentes muy pocos cristales pequeños. Se introducen los cristales y la solución concentrada de jugo de naranja en una centrifugadora de cesta en la que se separan los primeros. Se retira aproximadamente un 50 % en volumen de la alimentación de jugo de naranja en forma de cristales de hielo - relativamente puros.
- 5.
- 10.
- 15.

Luego se pone en contacto el concentrado frío de jugo de naranja a contracorriente y en una segunda torre de cristalización a una temperatura inferior para separar un 50% de volumen del concentrado restante en forma de cristales de hielo. El concentrado final es aproximadamente de un volumen igual a la cuarta parte del original y se introduce en recipientes y se congela para su envío.

20.

25. EJEMPLO 6.

Se pulveriza en una columna de tratamiento como la descrita en la figura 5 de los dibujos, leche fresca, pura de una temperatura de congelación de 25 a 30°F aproximadamente, en forma de densa dispersión de gotitas de diámetro

30.



- uniforme de $1/8$ a $3/8$ aproximadamente de pulgada. El diámetro de las gotitas es generalmente doble al diámetro del orificio a través del cual aquellas han sido pulverizadas. La temperatura de entrada de la alimentación es de 28 a 32°F aproximadamente. El área de pulverización se protege del torbellino del refrigerante de fase continua por medio de un deflector anular que tiene una altura vertical de 1 a 4 pulgadas aproximadamente. La cabeza pulverizadora tiene de 3 a 6 pulgadas de diámetro. La alimentación se introduce a través de los orificios a razón de 0,1 a 0,3 pies por segundo. El refrigerante inmezclable comprende un hidrocarburo destilado medio puro que se introduce por el fondo de la torre a una temperatura de -5 a 20°F aproximadamente.
- 5.
- 10.
- 15.

- Las gotitas acuosas pulverizadas forman una densa dispersión y descienden en una densa capa de esferas de tamaño uniforme a contracorriente con la fase refrigerante ascendente. La retención de las gotitas o densidad volumétrica de las mismas es del 65 al 75% aproximadamente del volumen de la torre. Esto proporciona un ritmo de enfriamiento de 1 a 3°F por minuto aproximadamente. Una porción del agua presente en la leche cristaliza dentro de las gotitas pulverizadas y forma cristales de hielo. La solución concentrada de leche es retirada a una temperatura aproximada de 10 a 25°F . La fase re
- 20.
- 25.
- 30.



frigerante inmezclable continua se retira de la parte superior de la torre a una temperatura de unos 30°F.

- La mezcla de cristales de hielo puede lavarse con refrigerante o con una pequeña cantidad de agua pura para separar los sólidos de leche ocluidos. Los cristales lavados pueden separarse del refrigerante o cualquier concentrado restante por medios convencionales.
5. De acuerdo con este proceso, la alimentación de leche puede experimentar una reducción de volumen del 75 % aproximadamente. El agua restante puede separarse del concentrado por evaporación a la temperatura ambiente a fin de obtener una leche en polvo seco. Además, la mayor parte de la refrigeración empleada en el enfriamiento del licor madre y en la formación del hielo se recupera poniendo separadamente en contacto el refrigerante caliente con los cristales de hielo separados y el concentrado frío.
- 10.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 7.

- De manera análoga se concentra cerveza mediante la separación de agua como cristales de hielo. Debido al contenido alcohólico de la cerveza la temperatura de entrada de 25 a 30°F se emplea adecuadamente con una temperatura final de -10 a 15°F. El refrigerante se introduce a una temperatura de -45 a + 20°F y se retira a una temperatura intermedia a la de entrada
- 25.
- 30.

28 FEB 1963



- del refrigerante y la de cristalización de la -
cerveza, aproximadamente de 15 a 25°F. De esta
manera, se retira del 65 al 75 % en volúmen de
la alimentación de cerveza en forma de hielo -
5. cristalizado. Al reconstituirse el concentrado
con agua y efectuarse la carbonación se observa
que tiene un sabor y aroma aceptables y que no
ha resultado perjudicialmente afectado por el -
proceso de cristalización.
10. EJEMPLO 8.
- En otro ejemplo de esta invención, se -
pone en contacto una solución típica de agua sa
lada conteniendo un 3,5 % en peso de cloruro -
sódico como contaminador principal, con un re -
15. frigerante de hidrocarburo destilado medio C₁₁
a C₁₄, a contracorriente, en cuyo ejemplo la -
solución de agua salada se introduce como dis -
persión densa de gotitas de diámetro uniforme -
por la parte superior de la torre y se pone en
20. contacto con el refrigerante de fase continua -
introducido en el fondo de la torre. El agua sa
lada es introducida a una temperatura aproxima
da de 68°F, enfriándose rápidamente a una tempe
ratura de unos 30°F en una torre, como previa -
25. mente se describe, usada sólomente como medio -
de cambio de calor. Luego se lleva el agua sala
da fría a una segunda torre a una temperatura -
aproximada de 30°F, en cuya torre entra en con
tacto a contracorriente y de manera similar con
30. un refrigerante introducido a una temperatura -



- de 25 a -5°F aproximadamente. Los cristales de hielo se forman inicialmente en la parte superior de la torre dentro de las gotitas pulverizadas y descienden a contracorriente, mientras
5. aumentan de tamaño, con la fase refrigerante - continua ascendente, enfriándose con el refrigerante a razón de 0,5 a 2° por minuto, facilitando la formación de cristales de hielo sustancialmente libre de sólidos disueltos ocluidos.
- 10.

- El enfriamiento del agua salada por debajo de su punto de congelación y el desarrollo de los cristales se controlan de manera que los últimos tengan suficiente tiempo mientras se desarrollan para rechazar sólidos disueltos, que de otra manera quedarían ocluidos.
15. Los cristales de hielo son retirados del fondo de la columna con el licor madre, resultando tener un tamaño comprendido entre 150 y 1000 - micras. Se encuentran muy pocos, si es que
20. hay algún pequeño cristal.

- Los cristales y el licor madre mezclados se cargan en una centrifugadora de cesta en la que se separan los primeros y se lavan
25. continuamente con licor madre recirculado para separar cristales de hielo sustancialmente puros. Se funden estos cristales y revelan un contenido inferior a 300-500 partes por millón, aproximadamente, de cloruro sódico, cuya agua es adecuada para usos diversos como agua pota-
- 30.



ble. Se separa aproximadamente del 10 al 30% en volumen de la alimentación como agua dulce, presentando el restante licor madre una concentración del 4 al 6% en peso de sales. El licor madre frío y los cristales de hielo son sometidos separadamente a cambio térmico con el refrigerante para recuperar refrigeración. Luego se desecha el licor madre.

EJEMPLO 9.

10. En otro ejemplo de la invención, se convierte agua salada en agua potable. El agua salada se introduce por la parte superior de la columna de dispersión densa a una temperatura de 31°F aproximadamente, en forma de dispersión densa de gotitas de diámetro uniforme y se enfría a unos 28°F mediante contacto a contracorriente con una fase refrigerante continua ascendente de un aceite de destilado medio que entra en el fondo de la columna aproximadamente a 21,8°F. El refrigerante sale por la parte superior de la columna a una temperatura aproximada de 30°F. El enfriamiento de las gotitas de agua salada a unos 28°F cristaliza aproximadamente un 10% en peso de la alimentación de agua salada en cristales de hielo relativamente libres de sal. El agua cristalizada y el licor madre pueden transferirse a una centrifugadora de cesta en la que se separan los cristales de hielo del licor madre. No se produce ninguna contaminación de los cristales con el aceite. Luego se funden



los cristales de hielo para obtener agua desalada o potable que contiene menos de 500 ppm de ClNa.

EJEMPLO 10.

5. Se pulverizó en una columna de tratamiento como la descrita en las figuras 5 ó 6 de los dibujos en forma de dispersión densa de gotitas de agua de diámetro uniforme de 1/8 a 3/8 de pulgada aproximadamente, una solución acuosa de cloruro sódico con una temperatura de congelación de 27 a 30°F aproximadamente y conteniendo un 4 % en peso de cloruro sódico como contaminador principal. La temperatura de entrada de la alimentación era de 30°F aproximadamente. El
10. área de pulverización fué protegida del torbellino estable de la fase continua por medio de un deflector anular de una altura vertical de 2 pulgadas aproximadamente. La cabeza pulverizadora tenía aproximadamente 3-1/4 pulgadas de diámetro y contenía orificios de 1/8 de pulgada de diámetro aproximadamente. Se introdujo la alimentación a través de los orificios a una velocidad aproximada de 0,1 a 0,3 pies por segundo. El refrigerante inmezclable comprendía un hidrocarburo destilado medio que hervía a una temperatura del orden de 300 a 500°F, que se introdujo en el fondo de la torre a una temperatura de 0 a 20°F aproximadamente. Las gotitas de agua pulverizada forman una densa dispersión y descienden en forma de capa densa de
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

29 FEB



- gotitas de tamaño uniforme a contracorriente -
con la fase refrigerante continua ascendente.-
La retención de las gotitas o densidad volumétrica de las gotitas acuosas dispersas serán -
5. aproximadamente del 35 al 60 % del volumen de la torre. Esto proporcionó un ritmo de enfriamiento de 4 a 8 °F por minuto aproximadamente. Del 10 al 20 % aproximadamente en volumen del agua presente en la solución acuosa cristalizó
10. dentro de las gotitas pulverizadas, formando cristales de hielo. El licor madre fué retirado a una temperatura de 26 a 28°F aproximadamente. La fase refrigerante inmezclable continua se retiró de la parte superior de la torre a -
15. una temperatura aproximada de 25 a 28°F.

La mezcla de cristales de hielo puede purificarse más aún lavándose con refrigerante o con una pequeña cantidad de agua pura. Los cristales lavados pueden separarse del refrigerante o cualquier licor madre restante por medios convencionales.

20. Los cristales de hielo obtenidos después de la centrifugación son fundidos y consisten sustancialmente en agua pura adecuada -
25. para usos como bebida. Tales cristales contendrán menos de 500 ppm de cloruro sódico.

30. Cuando se trata agua salada para obtener agua dulce, teniendo en cuenta que hay un suministro prácticamente inagotable de agua salada, puede resultar más eficaz separar sólo -



mente, del 10 al 20% aproximadamente del agua -
presente, ya que ésto puede hacerse a temperatu
ras razonables, evitándose así un gasto en con-
cepto de refrigeración a bajas temperaturas. -

5. Además, como la mayor parte de la refrigeración
empleada para enfriar el licor madre y formar -
el hielo se recupera en otras torres, la refri-
geración compensadora se mantiene en un mínimo.

10. La aplicación de esta invención a ali -
mentaciones que contienen varios materiales só-
lidos disueltos y a suspensiones coloidales con
varios refrigerantes inmezclables y con varios-
disolventes es fácilmente evidente para un es -
perito en el arte según la anterior descripción.

15. La característica o aspecto crítico de
esta invención se encuentra en el desarrollo de
cristales en dispersiones densas de gotitas de
tamaño uniforme que no se aglomeran ni se adhie
ren entre sí y se desplazan a una velocidad con
20. trolada y que son enfriadas mediante su contac
to a contracorriente con una fase continua de -
refrigerante, de tal manera que se obtiene un -
eficiente cambio de calor entre las gotitas y -
el refrigerante y un desarrollo cristalino uni-
25. forme del material cristalizabile dentro de las -
gotitas.

N O T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza-
del invento, así como la manera de realizarlo -
en la práctica, debe hacerse constar que las -



- disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en -
cuanto no alteren su principio fundamental. -
También se hace constar que el invento corres-
5. ponde a una solicitud de Patente presentada en
norteamérica, acogiéndose, por lo tanto, a los
beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye -
la esencia del referido invento y por lo que -
10. se solicita Patente de Invención, por 20 años,
en España: "Procedimiento y aparato para la separación de una sustancia cristalizable del lí-
quido en que se halla disuelta", caracterizán-
dose por lo siguiente:
15. 1ª. "Procedimiento y aparato para la -
separación de una sustancia cristalizable, del
líquido en que se halla disuelta", a partir de
un líquido en el que tal sustancia es soluble -
a ciertas temperaturas e insoluble a temperatu-
20. ras inferiores, a cuyas temperaturas inferio -
res la referida sustancia es cristalizada a -
partir de su solución, caracterizado porque en
cuyo proceso el líquido que contiene al mate-
25. rial cristalizable es enfriado desde la tempe-
ratura de alimentación a la deseada temperatu-
ra de cristalización mediante contacto a con -
tracorriente con un refrigerante inmezclable, -
líquido de densidad diferente a la de la solu-
ción que contiene la sustancia a separar, y en
30. el que el líquido que contiene la sustancia -



cristalizable se introduce en forma de densa -
dispersión de gotitas de tamaño uniforme y el -
referido refrigerante se introduce como fase -
continua.

5. 2ª. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque una mezcla que comprende licor madre descristalizado, material -
cristalizado y refrigerante líquido es retirada de la parte superior de una columna de contacto a contracorriente a través de una rampa refrigerante anular.
10. 3ª. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el diámetro uniforme de las gotitas pulverizadas que comprenden la dispersión densa es de 9,53 a 0,79 mm.
15. 4ª. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la densa dispersión de gotitas de diámetro uniforme es en -
friada a razón de 0,13 a 8°C por minuto.
20. 5ª. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la fase continua de refrigerante inmiscible líquido, se introduce en la parte superior de una columna de contacto a contracorriente, a través de una brecha de vapor.
25. 6ª. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la densidad-volumétrica de la densa dispersión de gotitas -
de tamaño uniforme comprende del 50 al 80% en -
volumen del volumen total de la columna.
- 30.

285569

28 FEB



- 7a. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por ponerse en contacto a contracorriente una fracción de petróleo que contiene cera con un refrigerante inmiscible mas denso, introduciéndose dicho refrigerante a una temperatura inferior al punto de condensación de la citada alimentación, introduciéndose esta última a una temperatura superior a su punto de condensación en una torre de cambio de calor mediante pulverización de dicha alimentación en el fondo de la citada torre en forma de densa dispersión, constituida por gotitas de diámetro uniforme que ascienden en forma de capa móvil de esferas proporcionando un máximo contacto y una eficaz transmisión de calor entre el refrigerante y las gotitas, en el que se desarrollan cristales de cera a una velocidad controlada dentro de cada una de las gotitas pulverizadas.
- 5.
- 10.
- 15.
20. 8a. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque dicha fracción de petróleo comprende un destilado medio que hierve entre 235 y 360°C, conteniendo del 6 al 12% de cera, por el contacto a contracorriente de dicha fracción con una solución de salmuera de cloruro cálcico inmezclable, cuya solución se introduce a una temperatura de -40 a +15.5°C y la citada alimentación de aceite parafinado se introduce a una temperatura de 21 a 49°C en una
- 25.
30. torre de cambio de calor pulverizando dicha -

28552879



alimentación en el fondo de la mencionada torre en forma de una densa dispersión constituida por gotitas de diámetro uniforme de un tamaño de 4,76 a 0,79 mm de pulgada que ascienden en forma de capa móvil de esferas que proporcionan una superficie máxima de contacto entre la alimentación de aceite parafinado y el refrigerante inmezclable y una eficaz transmisión de calor entre los dos, separándose una mezcla de aceite y cera cristalizada de la parte superior de dicha torre de enfriamiento.

5. 9ª. Procedimiento, según las reivindicaciones 7 u 8, caracterizado porque las gotitas de aceite parafinado son enfriadas a razón de 0,55 a 1,65°C.

10. 10ª. Procedimiento según las reivindicaciones 7, 8 ó 9, caracterizado porque el hidrocarburo de petróleo se introduce a razón de 0,76 a 7,6 metros cúbicos por m² de sección transversal de la columna, por hora.

20. 11ª. Procedimiento según las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado porque la mezcla consta esencialmente de aceite parafinado y del 10 al 50% en volumen aproximadamente de la citada solución de salmuera de cloruro cálcico, separándose los cristales de cera y el aceite desparafinado por centrifugación, circulándose dicho aceite desparafinado frío a una segunda torre de cambio de calor y poniéndose en contacto a contracorriente con refrigerante de salmuera

285569



caliente inmezclable para enfriar sustancialmente el refrigerante caliente.

5. 12^a. Procedimiento según las reivindicaciones 7 a 11, caracterizado porque se añade un modificador cristalino a la mezcla de aceite parafinado y salmuera.
10. 13^a. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el modificador cristalino es un copolímero de etileno y acetato de vinilo que tiene un peso molecular de 1500 a 2.200.
15. 14^a. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque dicha sustancia cristalizable es agua y el referido líquido que contiene a la sustancia cristalizable es una solución acuosa, conteniendo tal solución acuosa el agua cristalizable que se introduce en forma de densa dispersión de gotitas de tamaño uniforme, y en el que se desarrollan cristales de hielo a un ritmo controlado dentro de cada una de las gotitas pulverizadas, separándose los cristales de hielo.
20. 15^a. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el contacto a contracorriente de la alimentación comprende una solución acuosa de jugo de naranja, a una temperatura superior a su punto de congelación con un refrigerante inmezclable a una temperatura inferior al punto de congelación de la alimentación,
30. comprendiendo dicho refrigerante un aceite comes

28 FEB



tible adecuadamente tratado que tenga un punto de congelación inferior a -29°C , efectuándose dicho contacto mediante pulverización del jugo de naranja en la parte superior de una torre -

5. de cambio de calor en forma de densa dispersión constituida por gotitas uniformes de un diámetro aproximado de 3,18 a 9,53 de pulgada, descendiendo dichas gotitas en forma de capa -

10. móvil de esferas que son enfriadas a razón de $0,55$ a $1,65$ $^{\circ}\text{C}$ por minuto, separándose subsiguientemente los resultantes cristales de hielo y una solución concentrada de jugo de naranja.

16a. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque dicha solución acuosa comprende una cerveza y una porción del contenido acuoso de la misma es cristalizada, -

15. separándose una mezcla de cerveza concentrada y agua en forma de cristales de hielo del fondo de la torre de refrigeración y separándose -

20. los cristales de hielo de la cerveza concentrada.

17a. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado además por la -

25. separación del material cristalizado en una centrifugadora de cesta.

18a. Procedimiento según las reivindicaciones 14 a 16, caracterizado porque los -

30. cristales de hielo pasan a una segunda torre de cambio de calor de dispersión densa y entran en contacto a contracorriente con el refrigeran

28 FEB



te caliente para enfriarlo y recuperar refrigeración.

- 19ª. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el contacto
5. a contracorriente de una alimentación de solución acuosa de sal de un punto de congelación comprendido entre $-2,77$ y $-1,19^{\circ}\text{C}$ y conteniendo de un 4 % en peso aproximadamente de cloruro sódico como contaminador principal, a una temperatura superior a su punto de congelación
10. con un refrigerante inmisible, a una temperatura inferior al punto de congelación de la alimentación, comprendiendo dicho refrigerante, un aceite hidrocarburo destilado medio mediante
15. la pulverización de la citada solución acuosa de sal en la parte superior de una torre de cambio de calor en forma de densa dispersión constituida por gotitas de diámetro uniforme de 3,18 a 9,53 mm aproximadamente, cuyas gotitas
20. descienden en forma de capa móvil de esferas y son enfriadas a razón de 2 a 4º por minuto aproximadamente, y la separación de los cristales de hielo y el licor madre del refrigerante.
25. 20ª. Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque el ritmo de enfriamiento de la solución acuosa de alimentación se controla de tal manera que los cristales de hielo puedan desarrollarse con la suficiente lentitud para poder rechazar sólidos
- 30.



disueltos ocluidos.

5. 21ª. Procedimiento según las reivindicaciones 19 y 20, caracterizado porque los cristales de hielo y el licor madre mezclados se separan en una centrifugadora, lavándose los cristales de hielo separados.
10. 22ª. Procedimiento según la reivindicación 21, caracterizado porque los cristales de hielo, son lavados con licor madre frío.
10. 23ª. Procedimiento según la reivindicación 21, caracterizado porque los cristales de hielo son lavados con refrigerante.
15. 24ª. Procedimiento según las reivindicaciones 19 a 23, caracterizado porque el licor madre concentrado es subsiguientemente separado de cristales de hielo esencialmente puros y el licor madre frío se pasa a una segunda torre de cambio de calor donde se pone en contacto a contracorriente en forma similar con el refrigerante de hidrocarburo caliente para enfriarlo y recuperar filtración del licor madre.
20. 25ª. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque la solución acuosa comprende leche pura.
25. 26ª. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque la solución acuosa comprende corrientes de desechos industriales.
30. 27ª. Procedimiento según la reivindicación 26, caracterizado porque la corriente de desechos industriales, comprende licores de dese -



chos de sulfitos.

5. 28ª. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 27, caracterizado porque el refrigerante es un hidrocarburo líquido fluorado, normalmente gaseoso.
10. 29ª. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 28, caracterizado por la separación del material cristalizado del licor madre en una centrifugadora mediante introducción en ésta, junto con los materiales a separar, un líquido de mayor densidad que el licor madre y el material cristalizado, cuyo líquido más denso reviste las superficies internas de la centrifugadora formando una superficie sobre la que flota el material cristalizado, introduciéndose también una corriente separada de reciclo de dicho líquido más denso, exteriormente al cono divisor de la centrifugadora, controlando la velocidad de introducción de dicho licor la posición de la interfase entre los líquidos más ligero y más pesado, llevándose la citada corriente de reciclo el material cristalizado de la interfase y separándolo de la centrifugadora.
15. 30ª. Procedimiento según la reivindicación 29, caracterizado porque el material cristalizado es agrupado en la interfase entre los líquidos más pesado y más ligero, y en el que la posición de la interfase es controlada por el grado de reciclo del líquido más denso.
20. 31ª. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 27, caracterizado porque el refrigerante es un hidrocarburo líquido fluorado, normalmente gaseoso.
25. 32ª. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 28, caracterizado por la separación del material cristalizado del licor madre en una centrifugadora mediante introducción en ésta, junto con los materiales a separar, un líquido de mayor densidad que el licor madre y el material cristalizado, cuyo líquido más denso reviste las superficies internas de la centrifugadora formando una superficie sobre la que flota el material cristalizado, introduciéndose también una corriente separada de reciclo de dicho líquido más denso, exteriormente al cono divisor de la centrifugadora, controlando la velocidad de introducción de dicho licor la posición de la interfase entre los líquidos más ligero y más pesado, llevándose la citada corriente de reciclo el material cristalizado de la interfase y separándolo de la centrifugadora.
30. 33ª. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 28, caracterizado por la separación del material cristalizado del licor madre en una centrifugadora mediante introducción en ésta, junto con los materiales a separar, un líquido de mayor densidad que el licor madre y el material cristalizado, cuyo líquido más denso reviste las superficies internas de la centrifugadora formando una superficie sobre la que flota el material cristalizado, introduciéndose también una corriente separada de reciclo de dicho líquido más denso, exteriormente al cono divisor de la centrifugadora, controlando la velocidad de introducción de dicho licor la posición de la interfase entre los líquidos más ligero y más pesado, llevándose la citada corriente de reciclo el material cristalizado de la interfase y separándolo de la centrifugadora.

285569



ciones 29 ó 30, caracterizado porque el grado de reciclo compensa continuamente las variaciones de densidad de la alimentación de la centrifugadora.

5. 32ª. Aparato para la aplicación práctica del procedimiento anteriormente descrito, caracterizado porque comprende una columna cilíndrica vertical, una cabeza pulverizadora con orificios sobresalientes uniformemente espaciados y un deflector anular situado en el borde externo de la cabeza pulverizadora en un extremo de la columna, y un dispositivo para introducir un refrigerante inmezclable que forma una fase continua por el otro extremo de la columna, así como medios para retirar los respectivos líquidos por extremos opuestos de la columna respecto a aquellos por los que son introducidos.
- 10.
- 15.
20. 33ª. Aparato según la reivindicación 32, caracterizado porque el líquido refrigerante se introduce en la parte superior de la columna a través de una brecha de vapor por medio de una cabeza distribuidora.
25. 34ª. Aparato según las reivindicaciones 32 ó 33, caracterizado porque los medios para retirar el material de alimentación están situados en la parte superior de la columna y comprenden una cámara anular que se extiende todo alrededor de la parte superior de la columna y en parte de la longitud de la parte superior de la columna cilíndrica vertical, quedando la parte superior-
- 30.

285569

28 FEB



- de la referida columna, extendiéndose el fondo de dicha cámara en parte de la longitud descendente de la columna, comunicando la referida cámara con dicha columna por medio de aberturas radiales situadas en la superficie externa de la columna y aberturas radiales situadas en la superficie interna de la citada cámara, quedando unidas dichas aberturas por un conductor radial extendido desde la columna a la cámara,
5. quedando por consiguiente la cámara separada y térmicamente aislada de la columna; encontrándose radialmente extendidos desde la parte superior aproximadamente de dicha cámara anular y comunicando con ella, unos conductos de salida que se extienden horizontalmente en una corta distancia y luego verticalmente hacia abajo hasta el fondo de la mencionada cámara, comunicando dichos conductos de salida con un medio de separación.
- 10.
- 15.
20. 35ª. Aparato para la separación de una sustancia cristalizable del líquido, constituido por un centrifugador de pila de discos perfeccionado, en el que se separan líquidos de diferentes densidades, según lo especificado en las reivindicaciones 29 a 31, caracterizado por comprender un dispositivo para circular una corriente líquida densa, exteriormente al cono divisor de la centrifugadora y dentro de la cápsula externa de la misma, cuyo dispositivo de circulación comunica con la cámara de la
- 25.
- 30.



pila de discos a través de una abertura periférica situada en el cono divisor.

5. 36ª. "Procedimiento y aparato para la separación de una sustancia cristalizable, del líquido en que se halla disuelta"; tal y como queda substancialmente descrita en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta Memoria consta de 91 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

28 FEB. 1963

ESSO RESEARCH AND ENGINEERING
COMPANY.

J. GOMEZ CEBO Y MODEY

200009



ESCALA VARIANTE

FIG-1

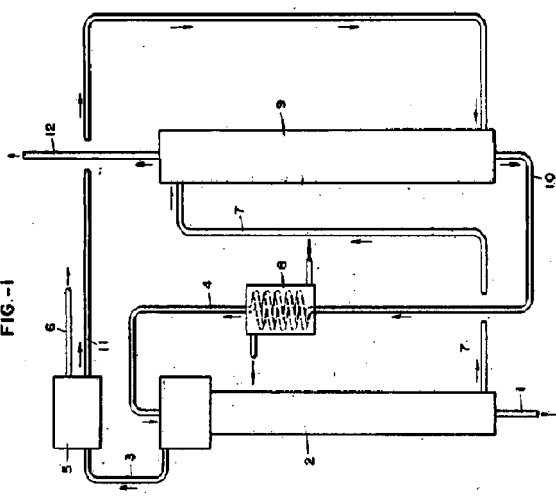


FIG-2

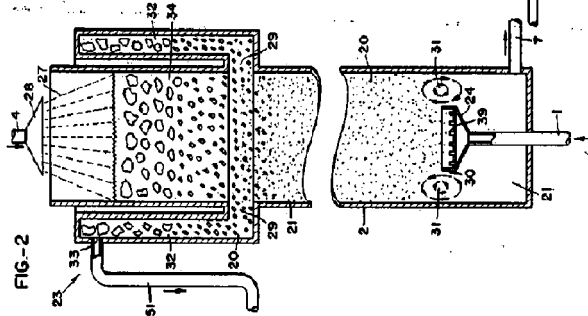


FIG-3

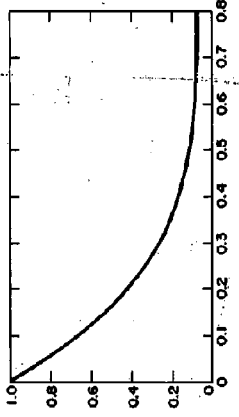


FIG-4

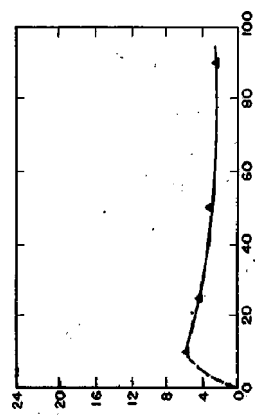
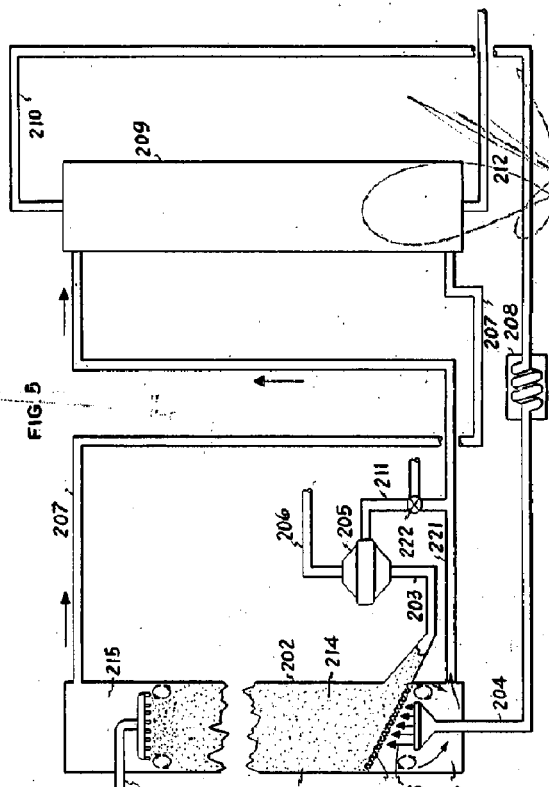


FIG-5



ESCALA VARIANTE



285569

ESCALA VARIABLE

