

28 5637.



285637

PATENTE DE INVENCION

Case No. S-52582

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento de purificación de cloruro  
sódico".

==.==.==.==.==.==.==

*Solicitante:* INTERNATIONAL SALT COMPANY, entidad norteamericana,  
residente en: Clarks Summit, Estado de Pensilvania,  
EE. UU. de A.

==.==.==.==.==.==.==

Este invento se refiere a la obtención de  
cloruro sódico anhidro al estado de sal purificada,  
partiendo de sal cruda u otra, impura, tal como por  
ejemplo sal gema, o sal obtenida por evaporación so  
lar, o similar.

5.

285637 - 2 -



- Un objeto principal de este invento es proporcionar un método económico y práctico, para la obtención, partiendo de sal bruta o impura, de sal químicamente pura, en la práctica, de tipo granular, comparable, en cuanto a estas cualidades, a los productos hasta ahora obtenidos solamente mediante métodos relativamente costosos y complicados de evaporación en vacío o en espacio abierto.
- 5.
- Otros objetos y ventajas de este invento se desprenderán de la especificación siguiente del modo de aplicación de distintos ejemplos de este invento, realizada de acuerdo con los dibujos adjuntos, en los que:
- 10.
- la figura 1 es un esquema de los cambios de fase que experimentan el cloruro sódico anhidro y las soluciones de sal, en presencia de determinadas condiciones de cambios de temperatura;
- 15.
- la figura 2 representa un tipo elemental de ciclo de trabajo del método a que este invento se refiere, que por conveniencia se denominará "ciclo dihidrato";
- 20.
- la figura 3 corresponde a la figura 2, pero representa otro tipo del ciclo de trabajo;
- la figura 4 es una representación esquemática de una forma de aparato para la aplicación práctica de este invento;
- 25.
- la figura 5 es una representación esquemática de otro aparato, de funcionamiento continuo, para aplicar este invento en la práctica, y
- 30.
- la figura 6 es una vista análoga que repre-

285637

- 3 -



senta otra nueva forma de aparato de funcionamiento continuo para aplicar este invento en la práctica.

- Este invento, en general, prevé la utilización de determinados fenómenos de cambio de fases sal-solución salina, que cuando se utilizan en combinación específica y con una nueva disposición de ciclos a que este invento se refiere, proporcionan un método económicamente aplicable en la práctica para la obtención de sal prácticamente pura químicamente de tipo granular,
- 5.
- 10.
- 15.

- El procedimiento implica la conversión inicial del cloruro sódico anhidro o sal de alimentación, en la forma dihidratada de la misma, por refrigeración de la salmuera en circulación, y la re-conversión del dihidrato en la forma anhidra del mismo por cambio cíclico adecuado de temperaturas y control de las mismas, muy convenientemente entre  $-21,1^{\circ}\text{C}$  hasta la temperatura media ambiente tal como por ejemplo  $15,6^{\circ}\text{C}$ ; aunque si se desea acelerar la operación y si se dispone de suministro de calor económico, pueden emplearse temperaturas algo superiores. El método de este invento resulta especialmente adecuado por ejemplo, como auxiliar en las operaciones de obtención de agua potable partiendo del agua del mar, o para otras operaciones de conversión de
- 20.
- 25.
- 30.

285637 - 4 -



agua salina utilizando técnicas de refrigeración, en las que se utilice equipo para la obtención de grandes cantidades de salmuera enfriada.

5. La base de la operación del procedimiento a que el invento se refiere, puede explicarse por ejemplo en el caso de cloruro sódico, haciendo referencia a un esquema de fases tal como el que se representa en la figura 1. Este esquema indica que cualquier salmuera de concentración inferior al 23,31% de sal, si se enfría continuamente, producirá ininterrumpidamente hielo, mientras que al mismo tiempo la salmuera residual se concentrará. El curso de esta acción se representa por la línea IE de la figura 1. A una temperatura de  $-21,12^{\circ}\text{C}$ , se alcanza el punto eutéctico, y la salmuera residual se solidifica por completo como eutéctica.
- 10.
- 15.

- Si se enfría una salmuera de concentración comprendida entre 26,285% y 23,31%, no se separa hielo, pero a una temperatura adecuada, se forma cloruro de sodio dihidratado, que se acumula en el fondo de la salmuera. Dado que el dihidrato  $\text{NaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  contiene 61,863% de sal y solamente 38,137% de agua, el dihidrato contiene mucha más sal que la salmuera de la que se forma. El resultado es que la salmuera se debilita o diluye, a causa de la formación de dihidrato, y la composición de la salmuera residual sigue la línea TE hasta el punto E, el eutéctico, en el que se realiza la solidificación completa.
- 20.
- 25.

- Una salmuera completamente saturada con sal a una temperatura de  $15,6^{\circ}\text{C}$  contiene 26,395% de sal.
- 30.

285637 - 5 -



Si esta salmuera se enfría, se separa una pequeña cantidad de sal anhidra, a causa de la solubilidad disminuida, y continúa separándose hasta que se alcanza la temperatura de transición de  $0,11^{\circ}\text{C}$ , representada por el punto T en la curva TE de solubilidad del dihidrato.

5. En el punto de transición, la sal anhidra es la fase inestable, y el dihidrato es la fase estable. Así pues, por debajo de  $0,11^{\circ}\text{C}$  toda la sal anhidra que se ha depositado a causa de la refrigeración de la salmuera, pasará a la solución, mientras que, al mismo tiempo, aparecerá una proporción equivalente de dihidrato.

10.

Se indicó anteriormente que el depósito de dihidrato debilita la salmuera. Ahora bien, si se pone una nueva cantidad de sal anhidra en contacto con la salmuera debilitada de cualquier composición a lo largo de la línea TE, esta adición de sal anhidra se disolverá, y al mismo tiempo se formará continuamente dihidrato puro de la sal. Esta operación proseguirá indefinidamente a cualquier temperatura comprendida entre  $0,11^{\circ}\text{C}$  y  $-21,1^{\circ}\text{C}$ , y en salmueras de una composición comprendida entre 26,285% y 23,31% de sal.

15.

20.

Los cristales de dihidrato así formados, por refrigeración de la salmuera o por disolución de la cantidad de sal anhidra bruta, deliberadamente introducida, de acuerdo con este invento, se retiran y funden. Se indicó anteriormente que el dihidrato tiene la composición de 61,863% de sal y 38,137% de agua, y que el contenido de sal del mismo es prácticamente puro, químicamente independientemente del contenido de impureza de la sal introducida y de la salmuera. Cuando el dihidrato se

25.

30.

285637 - 6 -



- funde, elevando su temperatura por encima de 0,11°C, existe agua insuficiente presente para disolver todo el contenido de sal de dicho dihidrato, y por consiguiente el exceso de sal pura no disuelta cristaliza y se deposita en forma de cristales cúbicos muy puros y finos. Estos cristales de sal pueden compararse en calidad y tipo de grano, a los obtenidos por la evaporación en vacío o en espacio abierto. Solo hace falta separar la sal cristalina, de la salmuera obtenida
5. por la operación de fusión, por ejemplo utilizando cualquier método corriente de filtración. Los cristales de sal pueden a continuación secarse o tratarse de nuevo, y la salmuera se hace retornar a la operación de obtención de dihidrato para enfriarla de nuevo y
10. utilizarse a fin de disolver nueva sal anhidra de alimentación.
- 15.

La figura 2 representa un ciclo dihidrato típico, en forma esquemática. La refrigeración y las necesidades termodinámicas son moderadas, dado que el cloruro sódico dihidratado se descompone de acuerdo con la ecuación siguiente:

20.



- Para la aplicación práctica del ciclo dihidrato, la primera necesidad desde los puntos de vista de potencia y termodinámico, es un origen de refrigeración, para el funcionamiento del cambiador de calor A, cuya función es, desde luego, enfriar la salmuera de soporte y recirculación a alguna temperatura comprendida entre 0,11°C y -21,1°C. Por ejemplo, la aplicación para la obtención
- 25.
30. de agua potable partiendo de agua del mar, por un método



285637 - 7 -

- de refrigeración, constituiría un caso ideal para la instalación de equipo en el que se utilizara el método de "ciclo dihidrato" de este invento, dado que los proyectos de conversión de agua salina utilizando una técnica de refrigeración, dispondrían de grandes cantidades de salmuera enfriada, y una parte de esta salmuera podría desviarse fácilmente por derivación a través del cambiador de calor A. Los proyectos de conversión de agua salina, se preparan frecuentemente para zonas áridas en las que existe una aplicación del calor solar para la obtención de sal bruta, y la sal impura obtenida por este medio constituiría un material de partida excelente para la conversión en sal pura y finamente granulada, por la utilización del método a que este invento se refiere.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se observará que en la figura 2, el cambiador de calor B no es necesariamente preciso. En muchos casos, la temperatura ambiente es tal que rápidamente se descompone una masa de cristales de dihidrato en salmuera, y sal anhidra suspendida en ella. Aunque la figura 2 representa el cambiador de calor B enteramente alejado del separador de sal y salmuera, en algunos casos puede preferirse combinar los dos aparatos.
- 20.

- La figura 3 representa una versión modificada y más aplicable comercialmente del ciclo dihidrato de trabajo, en forma esquemática. En este caso se dispone un filtro entre el cristalizador de dihidrato y el calorífero B, de tal modo que la salmuera descargada del filtro pueda pasar directamente al refrigerador A, mientras que los cristales de dihidrato, solos, se transportan al
- 25.
- 30.



285637 - 8 -

- calorífero B en el que se funden. Como se explicó anteriormente, en este punto habrá agua presente en cantidad insuficiente para disolver toda la sal anhidra pura producida por la fusión del dihidrato, y por tanto, el exceso puro y anhidro puede separarse fácilmente por filtración y dirigirse a la descarga del producto del sistema, mientras que la salmuera saturada se hace retornar al sistema principal de circulación de salmuera. Este sistema de la figura 3 resulta ventajoso, por ser más económico desde el punto de vista de las necesidades de calefacción, ya que solo precisan calentarse los cristales de dihidrato, y no toda la salmuera en circulación.

- La figura 4 representa esquemáticamente un aparato para la aplicación práctica del procedimiento a que este invento se refiere. En este caso, la sal impura introducida se deposita en una cesta de tamización, como se indica en 10, dispuesta en el interior de la salmuera saturada mantenida en el recipiente refrigerado 12, cuya refrigeración se realiza por medio de serpentines 14 de circulación del refrigerante, sumergidos en la salmuera contenida en el recipiente. El nivel de la salmuera en el recipiente 12, se regula de tal modo que el contenido de la cesta 10 quede sumergido en la salmuera, y la temperatura de ésta en el recipiente se mantiene aproximadamente dentro de los límites de 0°C y -21,12°C mediante el sistema de refrigeración. Así, como se explicó anteriormente, la sal introducida se disuelve en la salmuera y simultáneamente con esto se forma sal dihidratada pura en suspensión en la



285637

salmuera y que se deposita en el recipiente dentro de un conducto de extracción 16 susceptible de controlarse por una válvula 18 para la descarga intermitente o continua de pasta de sal dihidratada pura. Esta pasta

5. la recibe otra cesta de tamización 20 dispuesta en una atmósfera calentada en la que la temperatura del dihidrato se eleva por encima de 0,11°C haciendo que funda. Así, como antes se ha explicado, por existir agua insuficiente presente para disolver toda la sal

10. anhidra pura formada por la operación de fusión, el exceso de sal anhidra pura se deposita y puede retirarse convenientemente en forma de una pasta espesa, por 22, mientras que la salmuera así formada se hace retornar, mediante un conducto y una bomba 24, al interior del

15. recipiente 12, completando así el sistema de circulación de dicha salmuera.

La figura 5 representa esquemáticamente otro tipo de aparato para la aplicación práctica de este invento; el recipiente cristalizador 30 de dihidrato, se

20. representa revestido y con circulación de refrigerante a través de la envoltura, a diferencia del contacto directo de la refrigeración con la salmuera, indicada en el caso de la figura 4. El dispositivo para la alimentación de sal anhidra, es análogo al de esta última figura, pero la pasta de dihidrato se dispone para retirarse continuamente del fondo del depósito 30 y para

25. dirigirse luego por la bomba 32 a través de un cambiador de calor 34 en el que el dihidrato de la pasta se funde como antes se explicó. La nueva pasta se suministra a continuación a un filtro tal como un filtro de

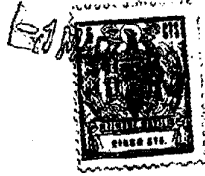
30.

285637 - 10 -



- tipo rotativo, indicado en 36, en el que se filtra el ex-  
ceso de sal anhidra pura retirándose para su introduc-  
ción en un secador u otro equipo de tratamiento, mien-  
tras que el filtrado se retorna en forma de salmuera
5. saturada, al recipiente 30. Como se indica en la figura  
5, la salmuera de retorno puede inyectarse conveniente-  
mente en un suministro de alimentación de sal impura o  
pulverizarse por encima de la misma, por ejemplo por me-  
dio de un dispositivo de salidas múltiples indicado en
10. 38.
- La figura 6 representa esquemáticamente otro  
nuevo aparato, quizá comercialmente el más conveniente,  
para la aplicación del método de este invento. En este  
caso, el recipiente cristalizador de dihidrato está pro-  
visto de una hélice de acumulación y transporte 40 que
15. suministra el dihidrato depositado a un elevador 42 que  
dirige el dihidrato extraído, a un depósito de fusión  
44 en el que el dihidrato se funde como antes se explicó.  
Así, se produce un exceso de sal anhidra pura, que se
20. acumula por medio de una hélice 46, se retira y se su-  
ministra en forma escurrida, por medio de otro elevador  
48. La salmuera rebosada del depósito 44 se dirige, por  
la bomba 50 y las tuberías correspondientes, para intro-  
ducirse de nuevo en el recipiente cristalizador de di-
25. hidrato. Se comprenderá, desde luego, que puede elimi-  
narse, si se desea, la bomba 50, tal como ajustando el  
depósito 44 a una elevación superior suficiente para que  
la salmuera rebosada del mismo pueda circular, por la  
acción de la gravedad solamente, al recipiente cristali-  
zador de dihidrato.
- 30.

285637 - 11 -



- Así, resulta evidente que pueden emplearse una gran variedad de formas para la aplicación del método a que este invento se refiere; los aparatos representados y descritos anteriormente, evidentemente, se indican so
5. lo por vía de ejemplo, y en modo alguno comprenden todas las variaciones posibles de los mismos. En cualquier caso, la etapa de formación de dihidrato, del método de este invento, puede acelerarse por introducción continua o intermitente de cristales iniciadores de dihidrato, en
10. el interior del recipiente cristalizador; dichos cristales se obtienen del suministro de dihidrato seco o escu-rrido, antes de transportarlo al recipiente de fusión. Cualquier medio adecuado para suministrar los cristales iniciadores y para dispersarlos en el interior del re-
15. cipientes cristalizador, puede emplearse desde luego. Además, para facilitar la formación de cristales de dihidrato, puede utilizarse cualquier otro medio adecuado. Por ejemplo, para facilitar la formación de cristales, pueden emplearse técnicas de vibración u otros métodos
20. cualesquiera, conocidos en la técnica.

- Desde luego se comprenderá que se emplearán los medios adecuados para mantener el suministro de salmuera en circulación eficaz para los fines del pro-
25. cedimiento, y que siempre que la salmuera se transforme en super-contaminada con impurezas derivadas de la sal de suministro introducida, la salmuera se desechará y sustituirá, o se tratará químicamente de modo similar, para mantenerla en forma aprovechable. Además, la acu-
30. mulación de impurezas insolubles en las cestas de sos-tén de la sal introducida en el sistema, se retirará



285637 - 12 -

mecánica o manualmente, de modo continuo o intermitente, según se prefiera, para ayudar a mantener el sistema en la mejor condición de trabajo.

5. Aunque solo se han representado y descrito detalladamente en la memoria algunos ejemplos de mecanismos para la aplicación de este invento, se comprenderá que pueden introducirse distintos cambios sin separarse del espíritu del mismo ni del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

10.

N O T A

15. 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; siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DE CLORURO SODICO"; caracterizándose por lo siguiente:

20. 1ª.- Procedimiento de purificación de cloruro sódico, caracterizado por partirse de un suministro de sal anhidra relativamente impura y por comprender las etapas de hacer circular o pasar una salmuera saturada
25. a través del suministro de sal, mientras se mantiene la mezcla de la sal y la salmuera a una temperatura comprendida entre 0,11°C y -21,12°C, para disolver la sal introducida y formar dihidrato de la misma; someter la pasta salmuera-dihidrato así formada, a una operación
30. de caldeo para fundir el dihidrato y formar un exceso



285637 - 13 -

- de sal anhidra purificada que se precipita de la salmuera asociada, y luego separar el exceso de sal anhidra del producto a suministrar, mientras se hace re-  
tornar la salmuera asociada al suministro de alimentaci3n de sal, para la repetici3n del procedimiento.
5. 2a.- Procedimiento seg3n reivindicaci3n 1a, caracterizado porque la pasta salmuera-dihidrato as3 formada se filtra; el dihidrato filtrado se somete a un cambio de temperatura para volver a convertir el dihidrato en la fase anhidra del mismo y para formar un exceso de sal anhidra purificada que se precipita de la salmuera asociada, y luego se separa la sal anhidra purificada, de la salmuera.
10. 3a.- Procedimiento seg3n reivindicaci3n 1a, caracterizado porque la pasta salmuera-dihidrato as3 formada, se filtra, devolviendo el filtrado de salmuera a la sal suministrada, mientras se somete el filtrado de dihidrato a una operaci3n de caldeo, para volver a convertir en dihidrato en su fase anhidra y para formar un exceso de sal anhidra purificada que se precipita de la salmuera asociada.
15. 4a.- Procedimiento seg3n cualquiera de las reivindicaciones 1a a 3a, caracterizado porque la salmuera saturada se siembra con cristales de cloruro s3dico dihidratado.
20. 5a.- Procedimiento seg3n reivindicaci3n 1a, caracterizado por comprender el formar un ambiente de cristalizaci3n del dihidrato de cloruro s3dico, enfriando una soluci3n de salmuera de cloruro s3dico a una temperatura  $T_1$  comprendida entre  $0,11^{\circ}\text{C}$  y  $-21,12^{\circ}\text{C}$  en pre-
25. 30.

285637 - 14 -



sencia de, y mientras se proporciona, un suministro de cloruro sódico anhidro relativamente impuro; el separar dihidrato de cloruro sódico del ambiente citado; el calentar el dihidrato de cloruro sódico separado a una temperatura  $T_2$  superior a  $0,11^{\circ}\text{C}$  para formar una mezcla de salmuera saturada y cloruro sódico anhidro relativamente puro; el separar el cloruro sódico anhidro relativamente puro de la mezcla citada, y el volver a tratar la salmuera saturada restante en el ambiente antes indicado.

6º.- Procedimiento según reivindicación 5ª, caracterizado porque la salmuera nuevamente tratada, se hace retornar al ambiente en la región de dicho suministro de cloruro sódico anhidro relativamente impuro.

7º.- "Procedimiento de purificación de cloruro sódico"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

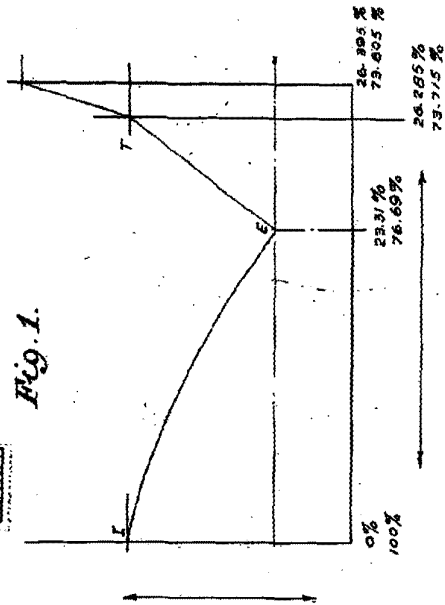
- 1 MAR 1965

INTERNATIONAL SALT COMPANY.-

J. GÓMEZ ACEBO Y MODER

ESCALA VARIABLE

Fig. 1.



265037

Fig. 2.

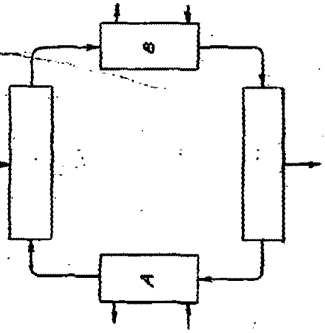
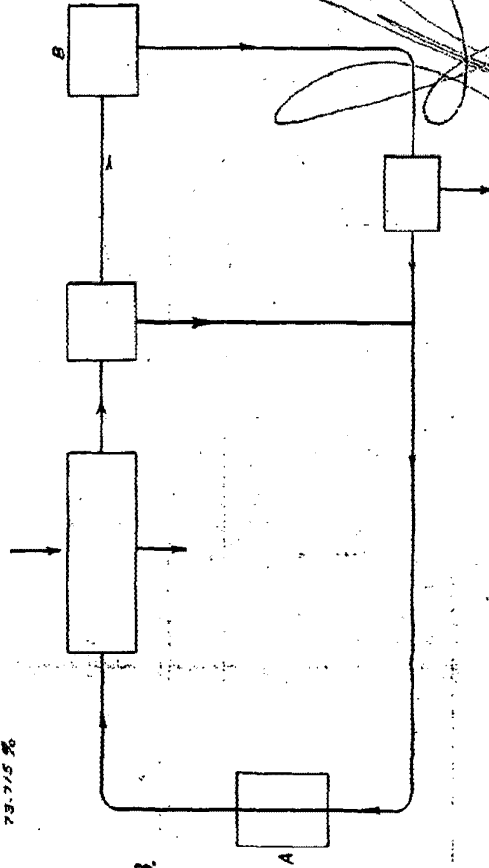


Fig. 3.



RECORDED 1931

285037  
ESCALA VARIABLE

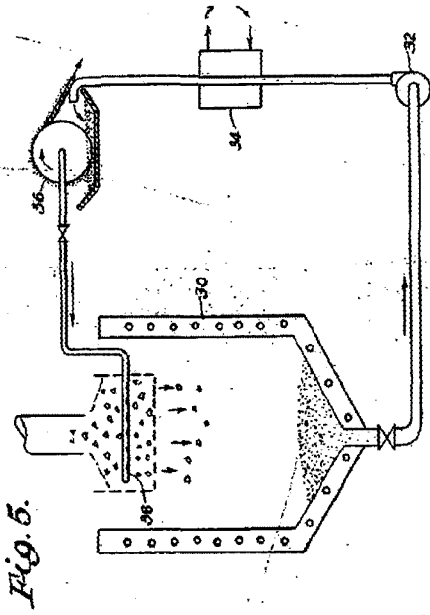


Fig. 5.

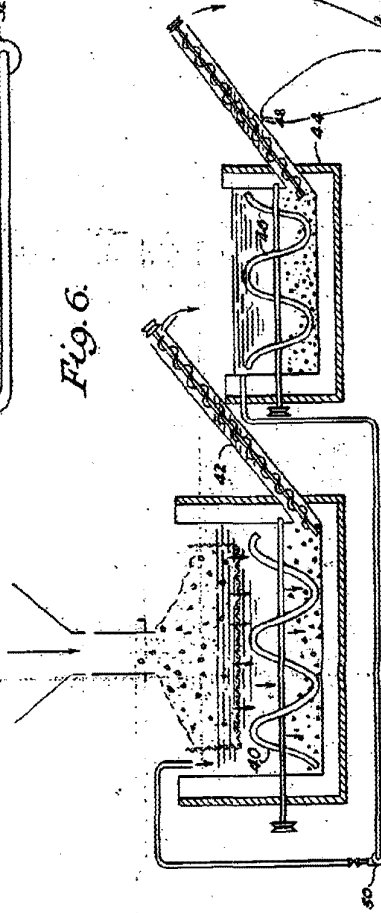


Fig. 6.

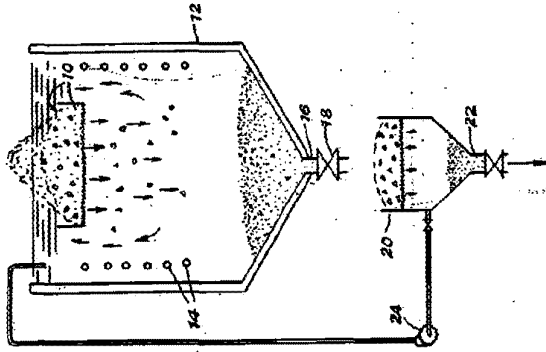


Fig. 4.

1947  
MORSE  
PATENT ATTORNS Y INGEN