





de dimensiones notables y que son fácilmente lavables.

Las ventajas de este procedimiento respecto de los sistemas actualmente conocidos son:

- 1) producción de agua de alto grado de pureza,
- 2) mayores rendimientos, entendidos como relación entre agua producida y hielo formado,
- 3) menor consumo de energía.

En el procedimiento objeto de la presente invención, viene previsto que el enfriamiento de la solución y la formación de cristales de hielo se obtenga haciendo evaporarse un componente constituido por un líquido o mezcla de líquidos y que viene añadido a la solución.

El componente añadido es escogido entre la clase de líquidos no miscibles con el agua y que tienen una presión de vapor tal que a la temperatura elegida para las operaciones, la temperatura de ebullición de dicho componente sea más baja en un cierto valor prefijado respecto a la temperatura de cristalización de la solución a tratar. Este valor está, preferiblemente, comprendido entre  $0.2^{\circ}\text{C} + 2^{\circ}\text{C}$ , para poder mantener el grado de subenfriamiento dentro de límites tales, que la relación entre velocidad de formación y velocidad de acrecentamiento de los cristales, sea aceptable.

Como componentes adicionales pueden emplearse hidrocarburos de cuatro átomos de carbono, por ejemplo: n-butano, i-butano o similares; estos pueden ser empleados separadamente o en mezcla, de acuerdo con la temperatura de ebullición y de la presión deseadas. Para temperaturas de cristalización muy bajas se dá la preferencia a los hi-



drocarburos clorurados o clorofluorurados, propanos y otros hidrocarburos similares y/o mezclas varias de los compuestos arriba mencionados.

5

La evaporación del componente adicionado y la -  
consecuente formación de cristales de hielo, vienen provo-  
cadas por una serie de fases a presiones progresivamente  
decrecientes. En cada una de estas fases la diferencia de  
temperatura entre el componente evaporante y la solución  
congelante, debe ser mantenida entre  $02^{\circ}\text{C} + 2^{\circ}\text{C}$ .

10

En todas las fases siguientes a la primera, la  
mezcla alimentada está formada por la mezcla de hielo y -  
solución de la fase precedente, de modo que parte del hie-  
lo, que se forma en cada una de las fases, vaya a acrecen-  
tar las dimensiones de los cristales formados precedente-  
mente. Aplicando el procedimiento escrito se ha obtenido  
una formación de cristales más grandes que los obtenidos  
por otros procedimientos conocidos, por efecto concomiten-  
te de los dos siguientes fenómenos:

15

20

1) el bajo grado de sub-enfriamiento sirve para  
contener, entre niveles aceptables, la velocidad de formación  
de núcleos de cristalización;

2) la presencia en cada fase de cristales de -  
hielo ya formados y acrecentados en el periodo precedente,  
favorece el crecimiento de los mismos.

25

Los grandes cristales formados, presentando -  
una alta relación entre volúmen y superficie, retienen -  
una menor cantidad de solución concentrada y pueden ser -  
más fácilmente lavados con una menor cantidad de agua; la  
economía en agua de lavado gira alrededor del 50% respec-



to de los sistemas tradicionales.

5 Los vapores del componente evaporante, provenientes de los diversos periodos, son entonces comprimidos y enviados sobre el hielo producido, (previamente separado de la solución madre y lavado), a la presión correspondiente a la temperatura de fusión del hielo. De esta forma, se obtiene un líquido constituido de dos fases inmiscibles: agua y componente añadido que es separado por decantación y entonces reciclado. El agua producida es sucesivamente  
10 depurada por separación y absorción sobre sustancias activas.

15 En el procedimiento de la presente invención el vapor es comprimido con relaciones de compresión progresivamente crecientes, realizando así una economía de energía del orden del 15-20% respecto a los procedimientos de un solo periodo o fase, en los cuales toda la compresión se efectúa con una relación igual a la máxima del proceso de varias fases.

20 Para mejor aclarar la invención, se ilustra, a título de ejemplo, una aplicación de la presente invención a la separación de agua dulce del agua del mar, empleando para la aplicación del procedimiento un aparato de dos únicas fases.

25 Los dibujos anexos ilustran dicha forma de ejecución del equipo, algunas variantes del aparato cristizador, así como los principales diagramas relativos al procedimiento aplicado en el mismo y precisamente:

la fig. 1 muestra el diagrama de la variación del punto triple del agua de mar, en función de la varia -

7 FEB



ción de la concentración;

la fig. 2 ilustra el diagrama de la variación de la temperatura de evaporación del componente adicional y de la cristalización de la solución en los dos periodos.

5 la fig. 3 muestra el diagrama de la variación de la presión del vapor del componente adicional, en función de la temperatura, en el caso de que el componente sea - butano;

10 la fig. 4 es un esquema de un equipo para la realización del procedimiento.

La fig. 5 muestra una sección longitudinal, esquemática, de una variante de un aparato cristizador de desarrollo vertical.

15 la fig. 6 es una representación análoga de una variante de un aparato cristizador, de desarrollo horizontal.

Es sabido que el agua del mar, con concentración salina de un 3,5 % aproximadamente, cristaliza a unos -1,9°C. El agua de mar, a doble concentración, cristaliza 20 alrededor de -3,9°C. y la triplemente concentrada a alrededor de -6,5°C, como se puede ver por el diagrama de la fig. 1.

25 En la forma de ejecución ilustrada se prevé la separación de agua dulce, dejando una solución salina - concentrada 1,8 (63.000 ppm), (ver fig. 2).

Como componente evaporante se añade butano, del que en la fig. 3 se ha ilustrado el diagrama de variaciones de la presión del vapor, en función de la temperatura. La temperatura de equilibrio inicial es de unos -2°C y la -



final  $-3,5^{\circ}\text{C}$ .

5 En la primera fase, la fuerza motriz es mantenida entre un valor máximo correspondiente a la temperatura de  $0,8-1,5^{\circ}\text{C}$ , por ejemplo  $1,5^{\circ}\text{C}$  para lo cual la presión de la primera fase será de 690 mm Hg (temperatura de ebullición del butano a  $-3,5^{\circ}\text{C}$ ). Deseando mantener en la dicha fase un valor mínimo de fuerza motriz a  $0,5^{\circ}\text{C}$ , la salmuera deberá hacerse venir a una concentración de 54g/l correspondiente a la temperatura de equilibrio de  $-3^{\circ}\text{C}$ .

10 La mezcla de hielo y salmuera pasa al segundo periodo en el cual, manteniendo el mismo valor mínimo de la fuerza motriz, el valor máximo de la misma es de  $1^{\circ}\text{C}$ . En este segundo periodo, la velocidad de nucleación es muy inferior a la del primero, lo que es toda ventaja para el acrecentamiento de los cristales provenientes del primer periodo.

15 Para obtener valores inferiores de la fuerza motriz máxima siempre para el control de la dimensión de los cristales, sería necesario aumentar el número de fases.

20 La regulación de la fuerza motriz máxima viene obtenida simplemente regulando la presión en cada fase, mediante un dispositivo de control de la presión de tipo convencional y no representado. El valor mínimo viene regulado, dimensionando el equipo de modo que se tenga el tiempo oportuno de permanencia de la solución en cada periodo.

25 En cada periodo opera un agitador oportuno para aumentar la velocidad de acrecentamiento de los cristales, disminuyendo la resistencia a la difusión de materia y de calor, que se acumulan sobre la superficie de los cristales.



5

Para mejorar la eficacia de la agitación, es también conveniente introducir en cada una de las fases el componente evaporante desde el fondo, de modo que la solución sea agitada también por el efecto de las burbujas de vapor, que se forman a proximidad del punto de inmersión del dicho componente.

10

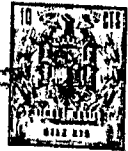
En la fig. 4 se ha representado un equipo adaptado a la aplicación del procedimiento, en el cual -1- es la entrada de la mezcla, que, en este ejemplo, está constituida por agua marina y butano. Dicha mezcla viene forzada a pasar por los intercambiadores de calor  $E_1$  y  $E_2$  atravesados en contracorriente el primero por el agua purificada producida y el segundo por la salmuera separada de la mezcla. Viene indicado por C1 el aparato cristalizador que es la parte principal del equipo y que puede ser realizado también en las dos variantes C1a y C1b de las figuras 5 y 6 .

15

20

25

El aparato cristalizador ilustrado en fig. 4 es de dos periodos y de desarrollo vertical, por lo que el conducto de aducción de la mezcla -2- llevará a la boca de entrada -3-, que se abre en la cámara superior que constituye el primer periodo tras haber sido enriquecida por la aportación del componente adicional, reciclado por medio del conducto -15-, como se describirá más abajo. Dicho componente reciclado es también alimentado a través de un orificio separado de ingreso -18-, en cada una de las cámaras de tratamiento sucesivo a la primera, y correspondientes a los siguientes periodos. El recipiente C1 está separado por particiones transversales -19-, en tantas -



cámaras, como periodos se han previsto; dos en la forma de ejecución de la fig. 4. En cada una de dichas cámaras está prevista una boca de salida -11-, del componente adicional transformado en vapor, el cual viene conducido por el conducto -12- a un aparato compresor CR 1, que lo comprime a la presión de condensación.

Del fondo de la última cámara de tratamiento, a través del orificio de salida -4-, fluye la mezcla hielo y salmuera que, a través del conducto -5-, en el cual está inscrito un grupo bombeante pcl, es enviada a la columna de lavado C2. Parte de la mezcla puede ser reciclada a través del conducto -6-. El lavado es efectuado con ayuda de una parte del agua pura obtenida, derivada a través del tubo -8- al tubo -16- de descarga de dicha agua que conduce a la boca de salida -17-. Los cristales son lavados de la salmuera en el aparato C2, la cual es aspirada por el tubo -9-, por la bomba pc2, y enviada a la boca de descarga -10-. Dichos cristales son llevados por medio del conducto -7-, al aparato C3, donde son hechos fundir, haciendo condensar sobre los mismos el vapor de butano, proveniente del compresor CR1 a través del tubo -13-.

La mezcla que emerge de la base de la torre C3, por medio de la bomba pc3 y del tubo -14-, pasa al decantador D1, en el cual el agua pura es alejada a través del tubo -16-, mientras que el componente adicional es reciclado al cristalizador C1, por medio del tubo -15-.

De los varios aparatos que componen la instalación, el nuevo, como ya se ha dicho, es el cristalizador. Este es realizado poniendo los periodos en serie vertical (Figs. 4 y 5), o bien horizontal (fig. 6).



-En la forma de ejecución de la fig. 4, el equipo incluye uncrystalizador de dos periodos y a desarrollo vertical.

5 En la fig. 5 se ilustra un crystalizador Cla similar a tres periodos. Las partes funcionalmente equivalentes son indicadas con los mismos números, añadiendo el índice "a". En la fig. 6, a su vez, se ilustra otra variante en la cual el crystalizador Clb es horizontal. El crystalizador Cla está formado, como en la versión de  
10 la fig. 4, por un recipiente cilindrico dividido en tres o más periodos mediante particiones horizontales 19a, - provistas de abertura 20a.

En las formas de ejecución de las figuras 4, 5, la mezcla agua de mar-butano, es introducida por la  
15 boca 3 (respectivamente 3a) del primer periodo y es mantenida en agitación por un primer agitador -22-, respectivamente -22-a. El nivel sobre el fondo de cada una de las cámaras es mantenido por medio de un tubo de rebose -20- (20a), de altura apropiada. En dicha solución se  
20 puede tener un sistema de agitadores -22-(22a), coaxiales y accionados por un solo motor M (Ma).

En el caso de crystalizadores a desarrollo vertical, la mezcla salmuera y hielo desdende a los periodos sucesivos inferiores, por gravedad, por medio de conductos -23-, que comunican la zona inferior de cada tubo de rebose con la cámara de tratamiento situada debajo; el cierre hidráulico es asegurado en cada periodo haciendo  
25 defluir la mezcla a través de un tubo-rebose de altura apropiada.



5 En los periodos sucesivos al primero, el butano es introducido en los cristalizadores a desarrollo vertical, desde el fondo de cada una de las cámaras a través de los orificios -18- (18a), que están asociados a los respectivos distribuidores -24-, (24a), lo que favorece la turbulencia de la mezcla, coadyuvando a la acción de los respectivos agitadores -22- (-22a-), situados en el interior de cada una de las cámaras de evaporación y sobre los respectivos distribuidores -24- (24a) del butano.

10 El cristalizador Clb de desarrollo horizontal, - (fig.6) es similar a los precedentes. Comprende, por lo tanto un recipiente cilindrico, dividido en tres o más periodos por particiones sustancialmente verticales 19b, dotadas de abertura 20b.

15 Como quiera que entre las cámaras existe una adecuada diferencia de presión, la mezcla de hielo y agua fluye libremente de un periodo al otro, pasando a través de la abertura -20b-, dispuesta de modo que se obtenga un rebosadero de altura suficiente para mantener en cada periodo un nivel conveniente de la mezcla a tratar.

20 Inmediatamente después de cada rebosadero se ha previsto un deflector-desviador-21-, que constriñe la mezcla hielo-agua, a seguir el curso más oportuno, para favorecer la turbulencia y evitar zonas muertas, con posibilidad estancamiento de la salmuera. La turbulencia es también aumentada ulteriormente en cada cámara, por un agitador -22b- operando en el fondo de la cámara misma, y accionado por un motor Mb.

25 En el primer periodo el butano mezclado directamente al agua del mar es introducido por la boca 3b, mien-

7 FEB



tras que en cada uno de los otros periodos sucesivos es -  
añadido butano, derivado por medio del tubo -15- del sepa-  
rador D1, cuyo butano es introducido a través de las bocas  
-18b- y distribuido por los distribuidores -24b-.

5

NOTA REIVINDICATORIA

En esta patente de invención se reivindica:

10

1.- Procedimiento con su correspondiente aparato  
para la separación de agua dulce, de soluciones acuosas, -  
bajo la forma de cristales de hielo, mezcladas con un lí -  
quido o mezcla de líquidos, escogidos entre la clase de -  
los inmiscibles con dichas soluciones y teniendo un punto  
de ebullición inferior al de la solución, cuyo procedimien  
to se realiza en un equipo, en el cual la presión es regu-  
lada de modo tal que la temperatura de ebullición del com-  
ponente añadido resulte siempre inferior a la de congela -  
miento de la solución, caracterizado porque la presión del  
sistema varía en el tiempo, de modo que, la correspondiente  
temperatura de ebullición del componente añadido sea infe -  
rior en no más de 2°C, a la de congelación de la solución,  
la cual obviamente se reduce con la formación de cristales  
de hielo.

15

20

25

2.- Procedimiento con su correspondiente aparato  
según la reivindicación 1, caracterizado porque la tempe-  
ratura de ebullición del componente adicional es mantenida  
por debajo de la de congelación de la solución en 0,5 a  
1°C .

3.- Procedimiento con su correspondiente aparato  
según la reivindicación 1 y/o 2, caracterizado porque tan



pronto como el componente adicional se evapora, se introducen nuevas cantidades del mismo en estado líquido.

5 4.- Procedimiento con su correspondiente aparato según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la temperatura de ebullición del componente adicional es mantenida inferior a la temperatura de congelación de la solución, variando la presión y haciendo aportes sucesivos de componente adicional, utilizando productos o mezclas de productos, siempre más volátiles, con el fin de  
10 obtener temperaturas de ebullición del componente líquido adicional decrecientes, reduciendo solo limitadamente la presión del sistema.

15 5.- Procedimiento con su correspondiente aparato, según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el procedimiento es llevado a cabo en sucesivos periodos, siendo mantenidas, en los periodos sucesivos al primero, condiciones de presión decrecientes, de manera que la temperatura de ebullición del componente adicional permanezca, al variar la presión inferior, en no más de 2°C  
20 (preferiblemente alrededor de 0,5-1°C) a la de congelación de la solución, la cual obviamente se rebaja progresivamente en los periodos sucesivos, con la formación de cristales de hielo.

25 6.- Procedimiento con su correspondiente aparato según las reivindicaciones 4 y 5, caracterizado porque, tan pronto como el componente adicional se evapora, se introducen en los sucesivos periodos del sistema, ulteriores cantidades del mismo en estado líquido.

7.- Procedimiento con su correspondiente apa-



5 rato, según la reivindicación 6, caracterizado porque se varía la naturaleza del componente introducido en los diversos periodos, utilizando mezclas conteniendo productos siempre más volátiles y escogidos de manera que se tengan temperaturas de ebullición decrecientes del componente adicional, en los periodos sucesivos, pero sin tener que rebajar excesivamente la presión en los últimos periodos.

10 8.- Procedimiento con su correspondiente aparato como en las reivindicaciones 4 a 7, caracterizado porque los cristales de hielo formados en los varios periodos, son llevados a atravesar en todo o en parte, los periodos sucesivos.

15 9.- Procedimiento con su correspondiente aparato para la realización del procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 8, comprendiendo un aparato cristizador de al menos dos periodos, un conducto para la aducción al cristizador de la solución salina a depurar en mezcla con el componente adicional, conductos para separar del cristizador la mezcla, comprendiendo los cristales ya obtenidos, el componente adicional y la salmuera, conductos que están asociados a medios de separación y de lavado y conductos para separar del cristizador el componente adicional al estado de vapor, caracterizado porque el  
20 cristizador comprende, al menos, dos periodos, realizados en cámaras situadas en serie, en las cuales tienen lugar los periodos sucesivos, estando estas cámaras asociadas entre si de manera que tengan una pared común, en la cual se ha establecido un rebose de altura apropiada, de  
25 manera que la mezcla pueda pasar de un periodo al otro por



5 la simple diferencia de presión, estando cada cámara dota-  
da de una abertura para la separación del componente adi -  
cional al estado de vapor, en tanto que en la proximidad -  
del fondo de cada cámara sucesiva a la primera, está pre -  
vista una boquilla para la aducción del componente adicio-  
nal al estado líquido.

10 10.- Procedimiento con su correspondiente apa-  
rato según la reivindicación 9, caracterizado porque el -  
cristalizador es de desarrollo horizontal y la mezcla en -  
trance de congelación, pasa de un período al otro por sim-  
ple diferencia de presión.

15 11.- Procedimiento con su correspondiente apa-  
rato, según la reivindicación 9, caracterizado porque el -  
cristalizador es de desarrollo vertical y la mezcla, en -  
curso de congelación, pasa de un período al otro por dife -  
rencia de presión y por gravedad.

20 12.- Procedimiento con su correspondiente apa -  
rato, según las reivindicaciones 9, a 11, caracterizado por  
que las cámaras correspondientes a los varios periodos del  
cristalizador, operan unos mezcladores.

25 13.- Procedimiento con su correspondiente apa-  
rato, según la reivindicación 9 a 12, caracterizado porque  
los conductos de separación de los vapores del componente  
adicional, extraídos de cada uno de los periodos preceden-  
tes, conducen a un compresor, que comprime dicho componente  
adicional el cual es llevado después en contacto con el -  
hielo formado en el cristalizador y sucesivamente separado  
de la salmuera que después es lavado, de modo que, en el  
retorno de dicho componente al estado líquido, se provoca  
la fusión simultánea del hielo, que se encuentra en con -



tacto con el mismo. Y

14.- " PROCEDIMIENTO CON SU CORRESPONDIENTE APARATO PARA LA SEPARACION DE AGUA DULCE, DE SOLUCIONES ACUOSAS, BAJO LA FORMA DE CRISTALES DE HIELO ", de conformidad en un todo en lo esencial y fines industriales a lo descrito en la precedente memoria descriptiva y graficamente representada en los adjuntos planos para su mejor comprensión/

Esta memoria consta de QUINCE hojas escritas ó mecanografiadas por una sola cara a doble espacio.

Madrid,

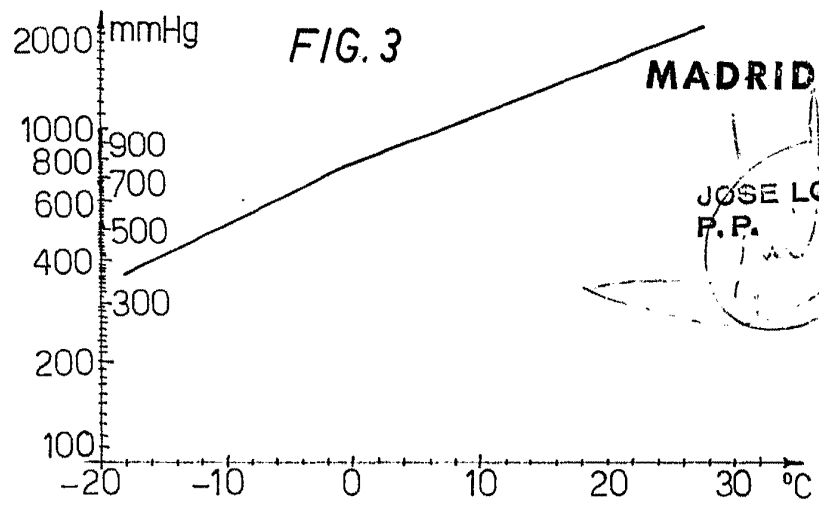
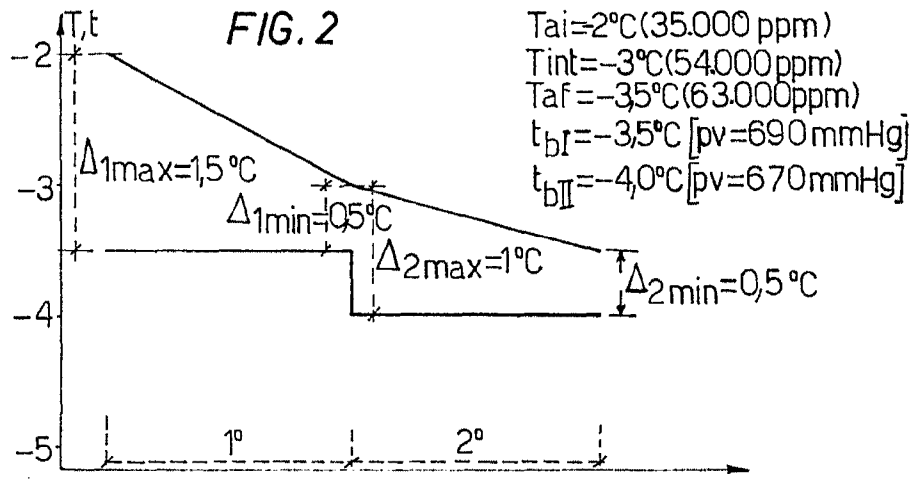
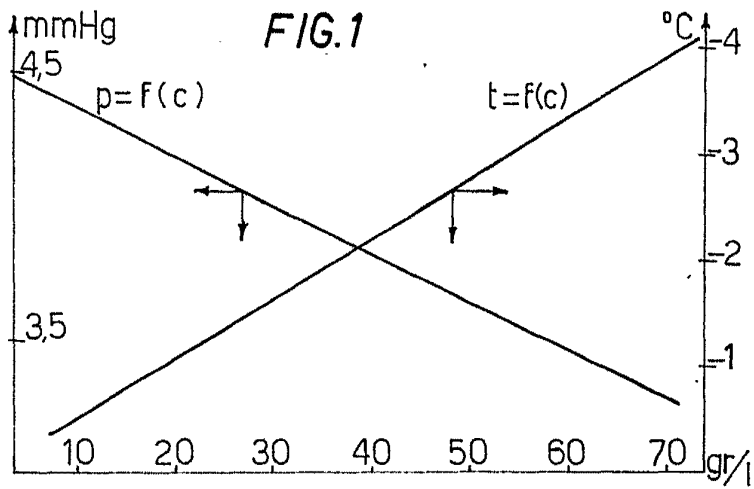
7 FEB. 1968

Por autorización del interesado.

JOSE LOPEZ  
P.P. Lu

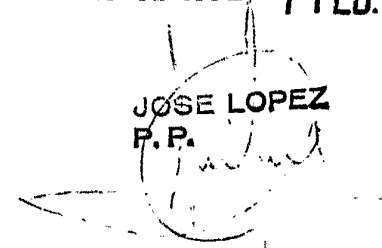


7 FEB 1968



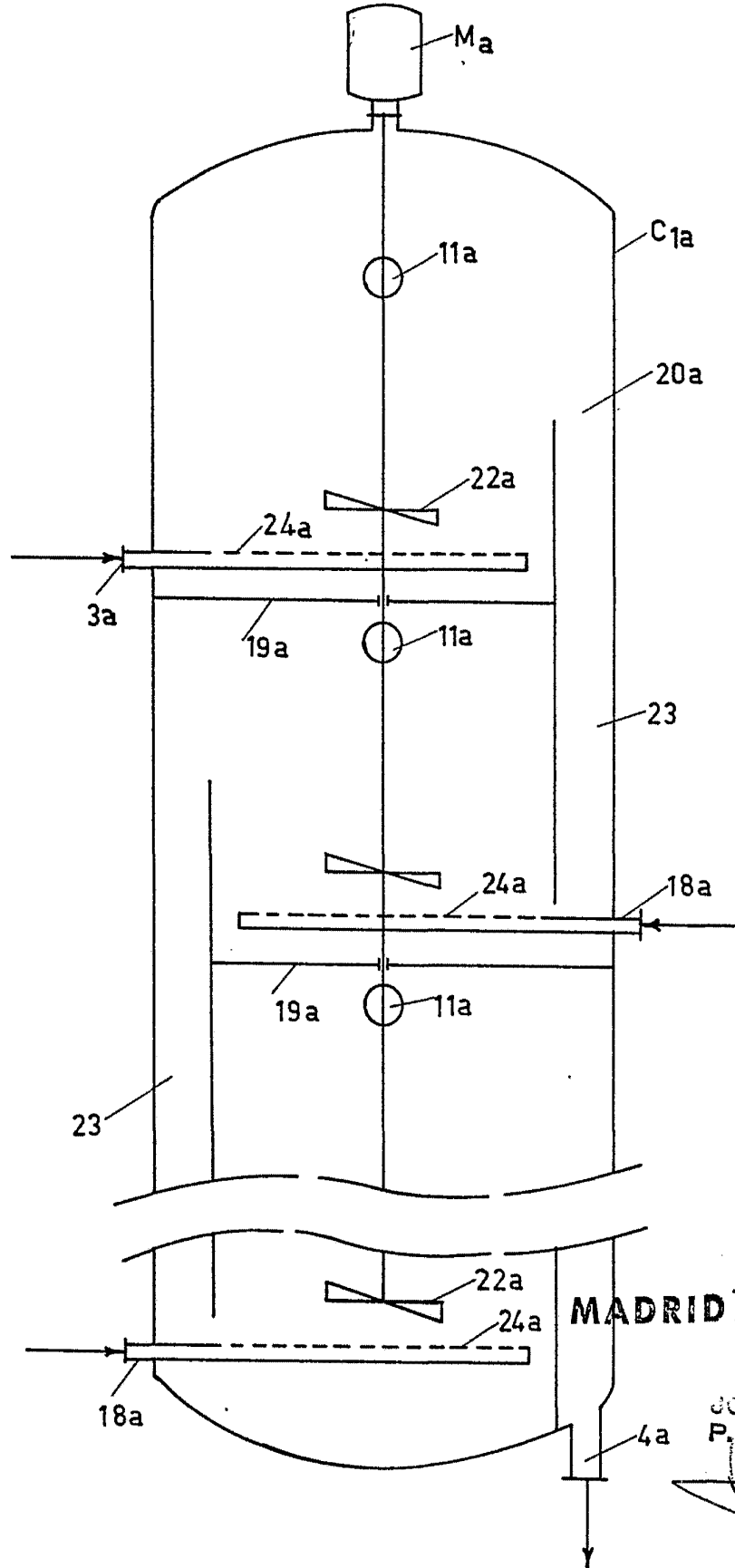
MADRID 7 FEB. 1968

JOSE LOPEZ  
P.P.



7 FEB 1968

Fig.5



MADRID 7 FEB 1968

JOSE LOPEZ  
P.R.

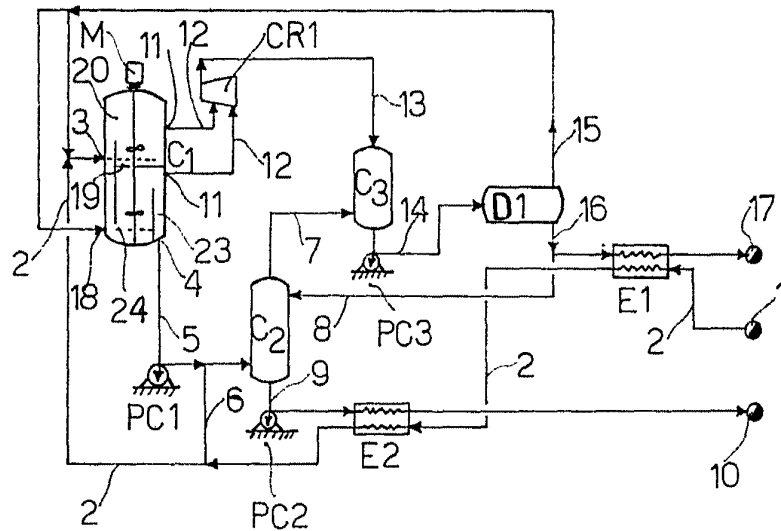


FIG. 4

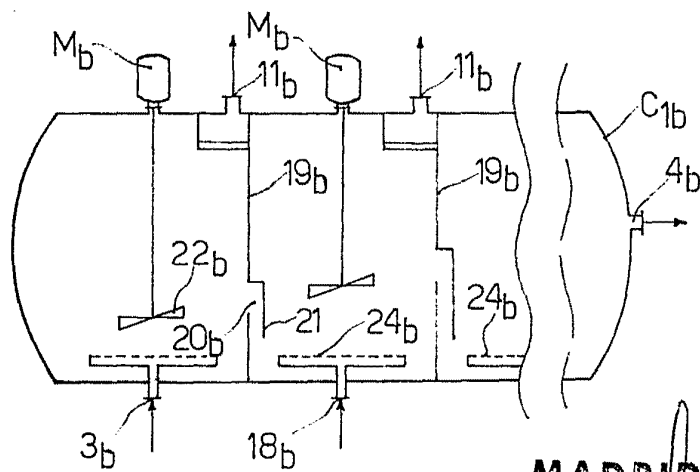


FIG. 6

MADRID 7 FEB. 1968

JOSE LOPEZ  
P.P.