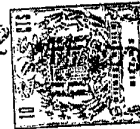


714278



PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 14 153-Spa.

F. E. 9-5-75

Int. Cl. 2: B01D

## Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para efectuar procesos de intercambios de iones y de adsorción.

*Solicitante:* BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

La presente invención se refiere a un procedimiento para efectuar procesos de intercambio de iones y de adsorción empleando un filtro de contracorriente que es fluido desde abajo hacia arriba por el líquido a tratar, pasando a través de una masa intercambiado-

5.



5. ra alojada entre un fondo de toberas inferior y un fondo intermedio, dotado de tuberías de salida y que, además, está dotado de aperturas de paso, mientras que en la fase de regeneración, un líquido regenerador, que penetra por la parte superior del depósito, pasa a través de la masa intercambiadora desde arriba hacia abajo, y un enjuague se efectúa desde abajo hacia arriba.
10. En todos los filtros de intercambio de iones que trabajan según el procedimiento de contracorriente es importante evitar el movimiento de la capa intercambiadora de iones.
15. En el filtro descrito anteriormente no se presenta ningún movimiento o cambio de posición de la masa intercambiadora de iones si el espacio entre ámbos fondos de toberas está totalmente relleno con masa intercambiadora de iones y sobre el fondo de toberas superior, en el así llamado recinto de enjuague que se encuentra encima, se coloca una cantidad de resina que asciende hasta un 50 % de la cantidad de intercambiador de iones activa instalada.
20. En otros filtros de contracorriente se evitan los movimientos de las masas intercambiadoras de iones ejerciendo, durante la conducción del líquido regenerador desde abajo hacia arriba, una presión sobre una capa de cobertura que descansa sobre la masa intercambiadora. Se emplean aquí procedimientos dinámicos o estáticos impulsando con agua o aire contra
25. la capa de intercambiador que se encuentra encima, montando fondos de toberas cerrables o instalando vejigas de goma hinchables.
30. En otra forma de ejecución se dispone la masa intercambiadora entre dos fondos de toberas y durante el paso del líquido a tratar se ejerce fuerza contra el fondo de toberas su-



414278

perior.

5. Al emplear el filtro de contracorriente, descrito al principio, se impulsa sin embargo la masa intercambiadora de iones a través de aberturas de paso hacia el fondo intermedio durante el ahuecamiento hacia arriba.

10. Todos los procedimientos de contracorriente conocidos tienen en común que el líquido a tratar finalmente pasa aquella capa de intercambiador que durante el anterior proceso de regeneración recibió en primer lugar el líquido regenerador, produciéndose en ella la regeneración de más alto grado.

15. La calidad del líquido tratado depende, sin embargo, principalmente de hasta que grado fué justamente regenerada esta capa superior. Por esta razón se emplea, para el lavado y desplazamiento del líquido regenerador, un líquido de lavado, por ejemplo agua, cuya calidad corresponda como mínimo a la que muestra el líquido a tratar en el filtro intercambiador. Si se emplea un líquido de lavado de calidad inferior entonces la así llamada capa de purificación fina, que se encuentra en la parte superior, sufre una cierta carga previa que tiene una influencia desventajosa sobre el grado de pureza del líquido a tratar. Esta desventaja se evita tomando el líquido de lavado necesario de un depósito para el líquido a tratar o de una instalación preparadora de trabajo paralelo, que naturalmente ha de estar dimensionada en forma correspondiente.

20. El cometido de la presente invención es crear un procedimiento que puede prescindir del empleo de líquido a tratar para fines de lavado de la masa intercambiadora y en el que tampoco sea necesaria la alimentación de un líquido de lavado de calidad igual de buena como el líquido tratado.

30.



5. Esto se logra, según la presente invención, debido a que el líquido de lavado, antes de entrar en el recinto llenado con intercambiador de iones entre el fondo distribuidor y el fondo de toberas inferior, se trata en una capa de cobertura del mismo intercambiador de iones dispuesta sobre el fondo intermedio que, en cualquier regeneración a efectuar, se pone en contacto con todo el agente de regeneración. En esta capa de cobertura se purifica previamente en grado suficiente el agua de lavado para la masa intercambiadora de iones activa, que se encuentre entre el fondo distribuidor y el fondo de toberas inferior. La capa de cobertura no necesita tener ninguna propiedad intercambiadora de iones si a la calidad del agua, que se obtiene durante la siguiente carga, no se le imponen exigencias elevadas, o si se dispone, para el lavado, de un agua ya tratada de calidad adecuada.

10. Otra ventaja del procedimiento consiste en que las partículas finas de masa de intercambiador de iones que se forman en el transcurso del tiempo, que durante la fase de carga pueden causar considerables dificultades, tales como aumento de la pérdida de presión y obstrucciones de paso, si se trabaja con líquidos que fluyen a altas velocidades, solo necesitan ser retiradas si su volumen excede la cantidad de la capa cobertora que se encuentra sobre el fondo intermedio.

15. No son de esperar dificultades hidrodinámicas en la fase de regeneración en la cual la corriente se dirige hacia abajo a velocidades mucho más pequeñas. Es suficiente, en el transcurso de los procesos de enjuague, periódicamente necesarios, el transportar las partículas finas desde el lecho del filtro que es activo durante la fase de carga hacia el espacio

20.

25.

30.



- situado por encima del fondo intermedio perforado. Las partículas finas asumen allí el puesto de las partículas de intercambiador de iones intacto, o bien interesantes por su tamaño, que forzosamente caen a la zona entre los dos fondos de toberas para participar allí activamente en el proceso de intercambiador de iones.
- 5.
- La capa de cobertura de intercambiador de iones que se encuentra por encima del fondo intermedio perforado deberá estar dimensionada, en su cantidad, de manera que al ser cargada con el agua de lavado para la masa de resina activa durante la fase de carga, nunca llega a una carga total de la capa de cobertura. Preferentemente asciende la capa de cobertura, que se encuentra sobre el fondo intermedio, a un 5-50 % en volumen de la masa intercambiadora de iones activa. En el dibujo se ha representado, en forma esquemática, un filtro de contracorriente adecuado para el procedimiento y su modo de trabajo se describe a continuación:
- 10.
- 15.
- El filtro de contracorriente se compone del recipiente 1 y muestra un fondo de toberas inferior 2. Aproximadamente a media altura del depósito 1 se ha dispuesto un fondo intermedio 3 desde cuyas toberas individuales 4 conducen tuberías de salida 5 hacia una tubería de evacuación 6 que conduce hacia el exterior. Además, el fondo intermedio muestra aberturas de paso 7. El recinto entre el fondo de toberas 2 y el fondo intermedio 3 está totalmente relleno de masa intercambiadora de iones 8. Sobre el fondo intermedio 3 asienta una capa de cobertura 9. El depósito 1 está dotado, además, en la parte superior del depósito y en la parte inferior del depósito, de aberturas de entrada y de salida 10 y 11. Durante el proceso de enjuague pasa el líquido de enjuague a través de
- 20.
- 25.
- 30.

414278



- 6 -

la tubería 10 por debajo del fondo de toberas 2 hacia el depósito 1 y es repartido por el fondo de toberas 2 a través de la sección del depósito 1 antes de que fluya en la masa intercambiadora de iones 8. Esta es levantada y a través de las

5. aberturas 7 del fondo intermedio 3 empujada parcialmente hacia el recinto 12 que se encuentra encima. El líquido de enjuague abandona el depósito 1 a través de la abertura 11. Las toberas 4 del fondo intermedio 3 o bien la tubería principal 6, están cerradas durante esta fase. Terminado el proceso de

10. enjuague baja de nuevo la masa intercambiadora de iones 8, a través de las aberturas 7, a su nivel anterior. Durante este proceso se sustituyen las partículas finas de la masa intercambiadora de iones activas 8 por material más basto de la capa de cobertura 9 inactiva dispuesta sobre el fondo intermedio 3.

15.

Durante el proceso de regeneración se alimenta el líquido regenerador por la parte superior del depósito a través de la abertura de entrada 11 y fluye primeramente a través de la capa de cobertura 9 y, a continuación, a través de la masa intercambiadora de iones 8 desde arriba hacia abajo para,

20. finalmente, abandonar el depósito 1 a través de la abertura de salida 10 en el fondo del depósito.

Después del proceso de regeneración se debe extraer por lavado y desplazar el líquido regenerador de la masa intercambiadora de iones 8. El líquido de lavado, para ello necesario,

25. pasa asimismo a través de la abertura de entrada 11 en la parte superior del depósito 1 y llega primeramente a la capa de cobertura 9. Como, según se ha mencionado, se puede emplear una calidad de líquido de lavado que corresponda a la del líquido a tratar, se presenta en la superficie de esta capa de

30.

414278

- 7 -



cobertura 9 una carga parcial de la masa intercambiadora de iones 8 en dependencia del volumen del líquido de lavado y de la carga de iones del mismo.

5. Para el lavado del intercambiador de iones activo es suficiente 2 a 4 veces el volumen de líquido de lavado. Por lo tanto se carga solo una parte relativamente reducida de la capa de cobertura 9, concretamente la parte que se encuentra en la superficie. Como aquella parte de la masa intercambiadora 8 que se encuentre en la capa de cobertura 9 en la fase de lavado solo entra en contacto con el agua de lavado ya tratada, no se puede presentar ninguna carga previa que pueda influenciar la ulterior calidad del filtrado.

10. La solución a tratar se introduce en la ulterior fase de carga a través de la abertura de entrada 10 desde abajo en el depósito 1 y fluye desde el fondo de toberas inferior a través de la masa intercambiadora de iones 8 y penetra en la tobera 4 del fondo intermedio 3 para abandonar a través de la tubería de evacuación 5 y la tubería principal 6 el depósito 1. Durante este proceso se mantiene cerrada la abertura 11.

15. Ejemplo 1

20. Para eliminar los cationes contenidos en una solución se llenó un depósito cilíndrico con un total de 119 litros de intercambiador de iones que se había obtenido por sulfonación de poliestireno reticulado con divinilbenceno. De los 119 litros de intercambiador de cationes mencionados se encontraron 20 litros como capa de cobertura sobre el fondo de toberas perforado; los restantes 99 litros participaron en el proceso intercambiador de iones. El filtro de contracorriente tenía un diámetro de 300 mm y una altura de envolvente cilíndrico

25.

30.



total de 2400 mm. Como señalado en el dibujo se encontraba en extremo bajo del depósito un fondo de toberas 2 y 1400 mm por encima un segundo 3 que en las proximidades directas de cada tobera se había dotado en cada caso de 4 aberturas de paso de 15 mm de diámetro para el intercambiador de iones.

5. Ambos fondos de toberas se habían dotado de 7 toberas de filtro (100 unidades/m<sup>2</sup>).

Para la regeneración entró el ácido regenerador a través de la tubería 11 en el depósito 1, pasó primeramente a través de la capa de cobertura 9, a continuación las aberturas de paso para el intercambiador de iones en la fase de enjuague en el fondo de toberas perforado 3, después la masa de resina activa 8 para que estaba destinado el ácido regenerador, después el fondo de toberas inferior 2 para finalmente abandonar el filtro 1 a través de la tubería 10. El agua en bruto, que se empleó para desplazar o bien lavar el ácido regenerador, tomó el mismo camino.

10.

15.

147 Val de ácido clorhídrico (1,48 Val/l de intercambiador activo) con una concentración de 1,1 Val/l se filtraron en la forma indicada en 22 minutos a través de la totalidad del intercambiador de iones instalado. Para desplazar y lavar el ácido se necesitaron 232 l de agua en bruto con un contenido en cationes de 9,3 mval/l (38,7 % de Na<sup>+</sup>, 46 % de Ca<sup>++</sup> y 15,3 % de Mg<sup>++</sup>).

20.

Durante la carga a continuación con agua de la composición de arriba, 12,8 m<sup>3</sup> se pudieron liberar completamente de los cationes de agua que entran en el depósito 1 a través de la abertura 10 en una proporción de 2,5 m<sup>3</sup>/hora y fluyendo a través del material intercambiador de iones 8, las toberas 4 del fondo intermedio 3, para abandonar el filtro en estado tra

25.

30.



tado a través de los conductos 5 y la tubería principal 6.

5. En la salida de un intercambiador de aniones fuertemente básico dispuesto a continuación del mencionado filtro se midió una conductibilidad media de 2,98 microsiemens/cm. Se interrumpió el paso de agua a través del intercambiador de cationes al alcanzar la conductibilidad el valor de 15 microsiemens/cm.

10. El mismo rendimiento, es decir de 12,79 m<sup>3</sup> de agua pura con una conductibilidad media de 3,11 microsiemens/cm se alcanzó en un ensayo que se diferenciaba en el proceso de lavado, pero en lo demás se podía equiparar al anterior en todos sus aspectos. Para el lavado se emplearon 225 litros de agua desmineralizada que entraba a través del conducto principal 6, las tuberías de salida 5 y las toberas 4. Por el

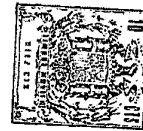
15. contrario, otro ensayo efectuado después de la regeneración y ulterior lavado con agua en bruto, y pasándose ámbos medios, la solución de regeneración y el agua de lavado a través de la tubería principal 6 y evacuándose por la abertura 7 en el fondo del depósito, en la ulterior carga con agua en bruto

20. de la composición de arriba dió solo 12,4 m<sup>3</sup> de agua pura. Aquí se midió en la salida de un intercambiador de aniones fuertemente básico una conductibilidad media de 35,4 microsiemens/cm. La salida del filtro se hubo de interrumpir esta vez a 50 microsiemens, ya que no podían alcanzar valores

25. inferiores a 15 microsiemens/cm.

#### Ejemplo 2

30. Un intercambiador de iones 1 cilíndrico con un diámetro de 820 mm y una altura total del envolvente cilíndrico de 2500 mm, que en la parte inferior del depósito contenía un fondo de toberas 2 dotado de toberas de filtro 4 (y dispuesto



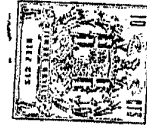
5. a 1500 mm por encima tenía un fondo intermedio 3 perforado dotado asimismo de toberas de filtro 4 se llenó con un total de 950 litros de masa intercambiadora de aniones que se había obtenido por introducción de grupos dimetil-etanolamina en poliestireno reticulado con divinilbenceno. Los fondos de toberas y el intermedio estaban dotados en cada caso de 52 toberas de filtro. Alrededor de cada tobera 4 del fondo intermedio 3 se habían dispuesto, igualmente repartidos, 4 aberturas de paso 7 de 18 mm de diámetro para el intercambiador de iones 8. Cada una de las toberas 4 del fondo intermedio 3 se había conectado a través de conductos 5 a una tubería principal 6.

10. La masa intercambiadora de iones 8 dispuesta entre el fondo de toberas inferior 2 y el fondo intermedio 3 de 792 litros sirvió para el proceso de trabajo propiamente dicho; los restantes 158 litros formaban una capa de filtración 9 de 30 cm de altura dispuesta sobre el fondo perforado 3. El recinto libre 1 sobre la capa filtradora 9, con una altura cilíndrica de unos 800 mm, se empleó para el enjuagado propiamente dicho.

15. La lejía sódica necesaria para la regeneración fluyó a través de la abertura 11, después a través de la capa filtrante 9 y la masa intercambiadora de iones 8 y salió a través de la abertura 10. El mismo recorrido le efectuó a continuación el agua de desplazamiento y de lavado que se alimentó desde un depósito intercambiador de cationes antecometado y que contenía resinas cargada de iones de  $H^+$  y se alimentaba con agua en bruto.

20. Después de regenerar con 750 val de NaOH con una concentración de 0,5 val/l de solución y lavado hasta un valor de

414278



- 11 -

conductibilidad de 30  $\mu\text{S}/\text{cm}$  - para lo que se necesitaron 2620 litros del líquido salido de un intercambiador de cationes anteconectado - se cargó el filtro con agua de la siguiente composición:

$\text{Cl}^-$	4,3	mval/l ;	$\text{SO}_4^{--}$	1,61	mval/l
$\text{CO}_2$	0,23	mval/l ;	$\text{SiO}_2$	0,117	mval/l

5. Hasta comenzar el agotamiento, lo que se indica por el paso del ácido silícico, se pudieron tratar 101,5  $\text{m}^3$  de agua. El contenido en  $\text{SiO}_2$  residual medio durante toda la carga fué de 0,021 mg/l.
10. Un ulterior ensayo, que se diferencia del anteriormente descrito porque para el desplazamiento o bien lavado de la lejía regeneradora se emplea agua desmineralizada, condujo prácticamente a los mismos resultados, esto es, a un rendimiento de 102,0  $\text{m}^3$  y un contenido en  $\text{SiO}_2$  residual de 0,023 mg/l.
15. Por el contrario, otro ensayo efectuado después de la regeneración y ulterior lavado con filtrado de intercambiador de cationes y conduciéndose ámbos líquidos a través de la tubería principal 6 hacia atrás saliendo por la abertura 10, dió unos resultados claramente más desfavorables, esto es, un
20. rendimiento de solo 97,1  $\text{m}^3$  con un contenido en  $\text{SiO}_2$  residual medio de 0,096 mg/l.

- N O T A -

25. 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

*Res*



5. corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania con fecha 3 de mayo de 1972, bajo el número P 22 21 561.8, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA EFECTUAR PROCESOS DE INTERCAMBIOS DE IONES Y DE ADSORCION; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª.- Procedimiento para efectuar procesos de intercambios de iones y de adsorción, empleando un filtro de contracorriente que es fluido desde abajo hacia arriba por el líquido a tratar pasando a través de una masa intercambiadora alojada entre un fondo de toberas inferior y un fondo intermedio, dotado de conductos de salida y que además está dotado de aberturas de paso mientras en la fase de regeneración
15. un líquido regenerador, que penetra por la parte superior del depósito, pasa a través de la masa intercambiadora desde arriba hacia abajo y un enjuague se efectúa desde abajo hacia arriba, y donde antes del enjuague el líquido regenerador
20. desde arriba hacia abajo es desplazado por el líquido de lavado introducido por la parte superior del depósito fuera de la masa intercambiadora de iones; caracterizado porque este líquido de lavado, antes de entrar en la masa intercambiadora de iones, se trata en una capa de cobertura dispuesta sobre el fondo intermedio preferentemente del mismo intercambiador de iones.
25. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea una capa de cobertura cuyo volumen es un 5 a 50 % el volumen de la masa intercambiadora de iones.

30.

414278

- 13 -



3ª.- Procedimiento para efectuar procesos de intercambios de iones y de adsorción, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

5.

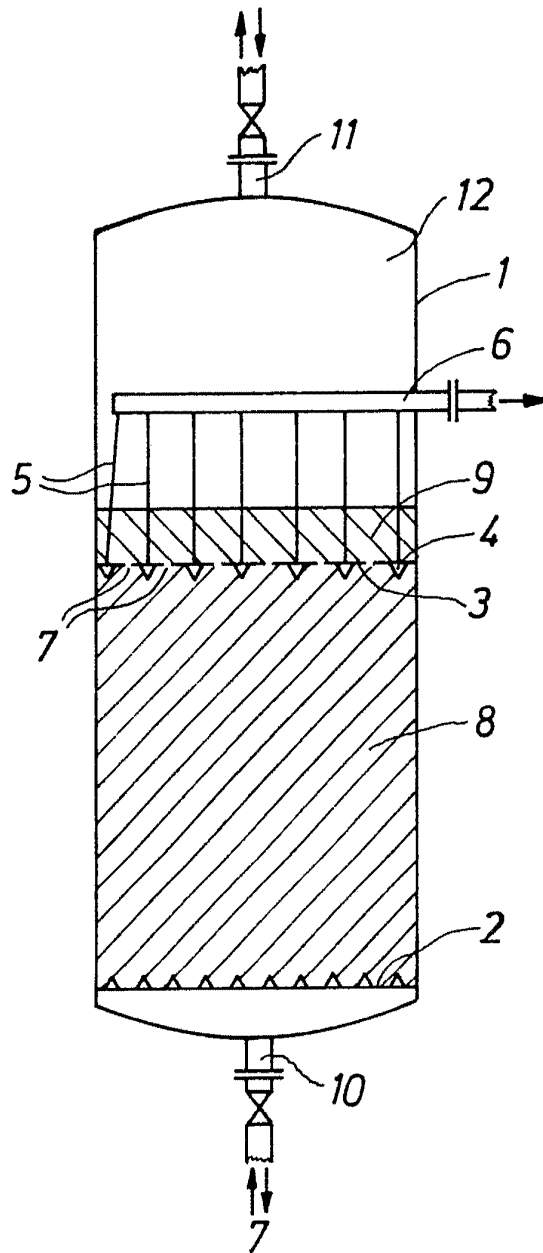
Esta Memoria consta de 13 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 2 MAR 1973

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

L. GOMEZ ACEBO Y NOBET  
Firmado: L. Costa Fernández

414278



ESCALA  
VARIABLE

- 2 MAYO 1973

Madrid

B. GOMEZ ACEBO Y MOJER  
E. p. Firmado: L. Gaste Ferrández