

439 467

Int. Cl.:

B01D

P.- 60.846

Case A-361

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

A nombre de AJINOMOTO CO., INC.

entidad japonesa

establecida en No. 6, 1-chome, Kyobashi, Chuo-ku,
Tokyo, Japón.

por: "UN PROCEDIMIENTO DE LAVADO DE UNA RESINA DE CAM-
BIO DE IONES"

20.8.75

- 1 -

**POOR
QUALITY**

Esta invención se refiere a un procedimiento de lavado de una resina de cambio de iones, y uno de sus objetos es proporcionar un nuevo procedimiento de lavado en el que se reduce la cantidad de agua consumida.

5 Se usan métodos de cambio de iones que emplean resinas de cambio de iones en diversas fábricas, tales como instalaciones de reblandecimiento de aguas, de fermentación que producen aminoácidos y nucleótidos, azucareras, etc. Uno de los problemas principales de este método es que gasta mucha agua. Entre los varios procesos unitarios que componen el procedimiento de cambio de iones, el proceso de lavado en 10 contracorriente consume una cantidad extremadamente grande de agua.

15 El lavado en contracorriente convencional se efectúa haciendo que 4-10 vr (volúmenes de resina) de agua de enjuagado fluyan a través del lecho de resina de cambio de iones desde la parte inferior del lecho, y los depósitos del lecho se eliminan por lavado.

20 En breves palabras, esta invención comprende cualquiera de las dos operaciones siguientes, o una combinación de ellas.

Una de las operaciones comprende:

25 (1) agitar por burbujeo el lecho de resina, al que se ha detenido un suministro de líquido y en el que se ha depositado un suspensoide, principalmente en la capa supe-

rior del lecho, y por consiguiente dispersar el suspensoide depositado en todo el lecho o trasladarlo a la capa inferior,

- 5
- (2) descargar una cantidad sustancialmente total del líquido que llene un espacio entre cada glóbulo de la resina, y
 - (3) llenar el espacio con agua de nueva aportación o con el líquido suministrado en la operación siguiente.

La otra operación comprende:

- 10
- (1) lavar en contracorriente el lecho de resina de cambio de iones del recipiente,
 - (2) dividir el afluente de enjuagado en una primera porción, cuya concentración de suspensoide es alta, y una última porción, cuya concentración es baja,
 - 15 (3) lavar el lecho del ciclo siguiente desde la primera parte inferior con la última porción citada del afluente y a continuación con agua de enjuagado de nueva aportación, hasta eliminar sustancialmente del lecho los depósitos, y
 - 20 (4) lavar el lecho del ciclo siguiente sucesivamente de la misma manera que anteriormente.

25

Cuando se emplea el procedimiento de lavado de la invención, que consta de cualquiera o de ambas operaciones anteriores, la cantidad de agua consumida en el procedimiento de lavado disminuye hasta $1/3$ a $1/7$ de la

del método convencional.

En la primera operación de la invención la proporción de agua de enjuagado para cada vez no está limitada, pero usualmente es de 0,4 a 0,8 vr. El volumen espacial entre cada glóbulo de la resina es normalmente de aproximadamente 1/3 vr. Puede usarse cualquier gas para el burbujeo excepto si inhibe el cambio de iones, y el aire es el más común. Antes del burbujeo es necesario abrir la válvula situada en la parte superior del recipiente. En cuanto a la velocidad y tiempo de burbujeo, es suficiente que el lecho de resina esté agitado adecuadamente, y puede ser, por ejemplo, a una presión de 1 a 3 kg/cm² durante 5 a 10 minutos. El gas se inyecta usualmente en el lecho desde el fondo.

La agitación puede realizarse por otros métodos conocidos, por ejemplo una agitación moderada usando un gran ventilador y circulación del líquido en el recipiente.

Después de la agitación, se descarga por la parte inferior del recipiente una cantidad sustancialmente total del agua de lavado. En ese momento se aumenta la presión en la parte superior del recipiente para acelerar la descarga, reduciéndose la cantidad residual de suspensóide en el recipiente.

El método de lavado se efectúa repitiendo

dos o tres veces el burbujeo, o con un burbujeo y un lavado en contracorriente convencional con 2 vr (el volumen de rebose es de aproximadamente 1 vr); el lavado en contracorriente convencional puede sustituirse por la segunda operación de la invención.

El aparato empleado en la invención es convencional. Naturalmente, cuando no hay válvula de aire en el fondo del recipiente, es necesario colocar la válvula en dicho fondo.

Después del lavado se introduce en el lecho, desde el fondo del recipiente, agua de nueva aportación o el líquido suministrado en la operación siguiente, se eliminan las burbujas de aire que quedan en el lecho por agitación, por ejemplo aireación, y comienza a continuación el proceso siguiente.

En la segunda operación de la invención, el volumen de la primera porción del afluente de enjuagado es aproximadamente 0,5 a 3,0 vr. Dentro de este intervalo, el volumen más preferible depende del líquido de partida. Por ejemplo, en el caso de un caldo de fermentación, el volumen preferible es 1,0 a 3,0 vr, y usualmente de aproximadamente 1,5 vr, y, en el caso de un caldo exento de células, es 0,5 a 2,0 vr, y usualmente de aproximadamente 1,0 vr. En cuanto a las otras muestras que se separan del caldo de fermentación, una disolución de cris-

tales brutos y unas aguas madres separadas del caldo exento de células corresponden al último caso, mientras que unas aguas madres separadas del caldo de fermentación corresponden al primer caso.

5

Por otro lado, el volumen de la última porción está correlacionado con las cantidades de la primera disolución de lavado en contracorriente y el agua de nueva aportación que sigue, y es de aproximadamente 1,0-7,0 vr. En este intervalo, el volumen más preferible depende también del líquido de partida, y es de 1 a 4 veces, y usualmente 2 a 3 veces, mayor que el de la primera porción.

10

El caudal de lavado en contracorriente es convencional. El punto divisorio entre la primera porción y la segunda porción puede determinarse alternativamente por medio de una medida del volumen de efluente, de la absorbancia del efluente, u otros medios.

15

20

Como hay muchos nutrientes para el desarrollo microbiano, tales como células microbianas y coloides de proteínas, cuando la última porción no se consume totalmente en poco tiempo, es preferible proteger el efluente. Excepto en el lavado en contracorriente entre un procedimiento de absorción y un procedimiento de elución, como antisépticos se usan preferiblemente ácidos o álcalis minerales.

25

La disolución residual descargada durante el procedimiento de lavado de la invención se trata fácilmente, gracias a su pequeño volumen y alta concentración. En particular, la disolución residual descargada de las instalaciones de fermentación contiene células microbianas, proteínas, etc. a elevada concentración, y por consiguiente se emplea fácilmente como alimento, fertilizante, etc., por concentración y secado.

La invención se ilustra además por medio de los Ejemplos siguientes.

Ejemplo 1

Un recipiente de cambio de iones que tenía un diámetro interior de 0,4 metros, cuya pared interior estaba recubierta de caucho duro, y que tenía instalados en el fondo del lecho distribuidores de cloruro de vinilo, se relleno con 460 litros de resina de cambio de cationes, fuertemente ácida, "Duolite C-25" (marca de fábrica, fabricada por Diamond Shamrock Co.) en forma de sal de amonio. Se hicieron pasar hacia abajo, a través del recipiente, 800 litros de caldo de fermentación de ácido glutámico, cuyo pH se había ajustado previamente a 1,5, y se absorbió ácido glutámico. A continuación, se hicieron pasar a través del recipiente 550 litros del mismo caldo cuyo pH no se había ajustado (pH 7) y 300 litros

de agua de enjuagado, y se eluyó una cantidad importante del ácido glutámico absorbido.

5 El volumen del líquido que quedaba en el interior del recipiente se ajustó a 0,5 vr, y el lecho de resina se agitó inyectando aire desde la parte inferior del recipiente a una presión de 2 kg/cm^2 , durante 10 minutos. Inmediatamente se abrió la válvula situada en la parte inferior del recipiente, y se aumentó ligeramente la presión en la parte superior del mismo, y se descargó la totalidad del líquido.

10 A continuación, se introdujeron 0,5 vr de agua de uso industrial en el recipiente desde la parte inferior, se repitió el procedimiento de lavado como anteriormente, y el líquido descargado se añadió al primer líquido descargado. Usando 0,6 vr del agua industrial, se repitió dos veces el mismo procedimiento de lavado.

15 La Figura 1 indica las propiedades del líquido descargado cada vez, que son la proporción de células, la absorbancia y la proporción de nitrógeno efectivo.

20 El método analítico de cada propiedad es como sigue:

25 La proporción de células se determinó centrifugando 1.00 ml. del líquido de descarga, lavando el precipitado dos veces con agua, y secando a 60°C ba-

jo presión reducida.

La absorbancia se determinó midiendo la absorbancia del líquido que sobrenadaba a 400 milimicras.

5 La proporción de nitrógeno efectivo se expresa por la diferencia entre la concentración de nitrógeno total, que se determinó por el método de Kjeldahl, y la concentración de nitrógeno de amonio, que se determinó por el método Kjeldahl sin descomposición por medio de ácido sulfúrico.

10 El 100% de recuperación indica una cantidad total eliminada por lavado por de 20 vr de lavado en contracorriente.

15 En un ensayo de comparación, el caldo de fermentación de ácido glutámico se hizo fluir a través del mismo recipiente del mismo modo que anteriormente, y, después de la elución, el lecho de resina se lavó con 5,4 vr de agua por lavado en contracorriente convencional (velocidad especial (VE)=6, expansión del lecho 50%). Las propiedades del líquido descargado se analizaron de
20 la manera antedicha, y se indican en la figura 1. Como puede verse por la figura, el efecto de lavado del método convencional es sólo igual a 2 ó 3 veces el del método de la invención.

25 Ejemplo 2
Del mismo modo empleado en el Ejemplo 1,

un caldo de fermentación de ácido glutámico (otro tan-
da) se hizo fluir a través del recipiente, se agitó
una vez el lecho de resina por aireación, y después el
líquido lavado se descargó. Después, el lecho de resi-
na se lavó por lavado en contracorriente convencional,
se mezclaron entre sí los líquidos descargados, y se
tomaron muestras de cada volumen.

En la Figura 2 se indican las propieda-
des del líquido descargado resumidas, que son propor-
ción de células, BOD (demanda biológica de oxígeno),
COD (demanda química de oxígeno), y absorbancia.

El método analítico de cada propiedad
es como sigue:

La proporción de células se expresó por
la relación del volumen de células sedimentadas después
de centrifugar a 2.000 rpm. durante 30 minutos al volu-
men total de líquido.

Los valores de BOD y COD se determina-
ron por el método JIS K-0102 (1971). La absorbancia se
midió del mismo modo que en el Ejemplo 1.

Cuando el mismo caldo que antes se hi-
zo fluir a través del recipiente del mismo modo, y el
lecho de resina se lavó por lavado en contracorriente
convencional (VE=6, expansión del lecho 50%). Las pro-
piedades del líquido descargado se indican también en

la figura 2.

Ejemplo 3

5 Un recipiente de cambio de iones hecho de vidrio, y que tenía un diámetro interior de 15 cm, siendo la placa de fondo del lecho un filtro de vidrio, se relleno con 2,8 l. de resina de cambio de cationes fuertemente ácida, "Diaion SK-IB (marca de fábrica, fabricada por Mitsubishi Chemical Industries, Ltd.) en forma de sal de amonio. 22 litros de caldo de fermentación de lisina, cuyo pH se había ajustado previamente a 4, y 4 litros de agua de enjuagado, se hicieron pasar hacia abajo a través del recipiente, y se absorbió la lisina.

10 El lecho de resina se lavó cuatro veces, cada una con 0,5 vr de agua de enjuagado, del mismo modo empleado en el Ejemplo 1. Se midió el valor de COD de cada líquido descargado, de la misma manera que en el Ejemplo 2, y los resultados se dan en la Tabla 1.

15 Después se hizo pasar a través del recipiente el mismo caldo y del mismo modo que anteriormente, y el lecho de resina se lavó por lavado en contracorriente convencional. El valor de COD del líquido descargado se indica también en la Tabla 1.

20
25

20.8.75

TABLA I

<u>Método de la invención:</u>	<u>Volumen de líquido descargado</u>	<u>GOD</u>
1ª	1,4 l.	293 ppm. (410 mg)
2ª	"	146 (205 ")
3ª	"	93 (130 ")
4ª	"	53,6 (75 ")
Método convencional :	5,6	100 (560: ")

Ejemplo 4

15 El mismo recipiente empleado en el ejemplo 1 se rellenoó con 460 litros de resina de cambio de cationes, fuertemente ácida, "Diaion PK-212" (marca de fábrica, fabricada por Mitsubishi Chemical Industries, Ltd.) en forma de sal de sodio, y se absorbió y se eluyó ácido glutámico con el caldo del mismo modo empleado en el ejemplo 1.

20 El volumen de líquido que quedaba en el recipiente se ajustó a 230 litros (0,5 vr), y el lecho de resina se agitó inyectando aire por la parte inferior del recipiente, a una presión de 2 kg/cm² durante 10 minutos. Inmediatamente, se abrió la válvula situada en la
25 parte inferior del recipiente, y la presión de la parte

superior del mismo se aumentó ligeramente, y se descargó la cantidad total del líquido.

5 A continuación, se introdujeron en el recipiente, por la parte inferior, 2,3 kl. (5 vr) de agua para uso industrial, y el lecho de resina se lavó por medio de un lavado en contracorriente convencional. En este lavado en contracorriente, se descargaron 690 litros (1,5 vr) del primer efluente, que tenían un color relativamente oscuro, mientras que 1610 litros (3,5 vr) del último efluente se ajustaron a pH 1,0 con HCl, para protegerlo, y se empleó para la primera parte del agua de enjuagado del lavado en contracorriente siguiente.

10

Después del lavado en contracorriente, se extrajo una parte del agua de lavado del recipiente, hasta un nivel de aproximadamente 10 cm. sobre la superficie del lecho estacionario. El segundo ciclo de absorción a elución se efectuó del mismo modo que en el Ejemplo 1, y, después de la elución, la agitación y la descarga se efectuaron del mismo modo que en el primer ciclo. Después se efectuó el lavado en contracorriente, primero usando 1610 litros del último efluente del ciclo anterior, y después con 690 l. de agua de nueva aportación. El efluente se dividió en dos partes, es decir 690 l. de la primera se descargaron, y 1610 de la última se tomaron del ciclo siguiente.

15

20

25

Se repitió el método anterior diez veces, y en todos los ciclos se obtuvo un efecto de lavado comparable al método convencional.

Ejemplo 5

5
10
15
20
25
En un recipiente de cambio de iones que tenía un diámetro interior de 0,5 metros, y cuya pared interior estaba recubierta con caucho duro, se introdujeron 460 litros de resina de cambio de cationes, fuertemente ácida, "Diaion PK 212" en forma de sal de amonio. 900 litros de caldo de fermentación de ácido glutámico, del que se habían eliminado previamente las células microbianas y cuyo pH se ajustó a 1,5, se hicieron pasar hacia abajo a través del recipiente, y se absorbió ácido glutámico. Se descargó enteramente una cantidad total del caldo, y 140 litros del mismo caldo exento de células, cuyo pH no se había ajustado (pH 7), se introdujeron en el recipiente, ligeramente por encima de la superficie del lecho estacionario. El lecho de resina se agitó por aireación, y después se hicieron pasar hacia abajo a través del recipiente 140 litros del caldo restante exento de células y agua de enjuagado, y el ácido glutámico absorbido se eluyó.

Posteriormente, el lecho de resina se lavó por lavado en contracorriente con 3 vr del agua

industrial a ve 6, y la expansión del lecho fue 50%; se descargó el primer 1,0 vr del efluente, y los 2,0 vr siguientes se almacenaron en un depósito.

5 El segundo ciclo de absorción y elución se efectuó del mismo modo usado en el primer ciclo. Después de la elución se efectuó el lavado en contracorriente, usando primero 2,0 vr del último efluente del primer ciclo, y después 1,0 vr de agua de nueva aportación (ve 6). El efluente se dividió en el primer 1,0 vr y los 2,0 vr siguientes, y el primero se descargó y los segundos se almacenaron.

10

El método anterior se repitió diez veces, y se midieron las propiedades del efluente y la proporción de absorción de ácido glutámico en cada ciclo, y se indican en la Tabla 2.

15

Como puede verse en la Tabla, el procedimiento de lavado de la invención no influyó en la absorción, y la proporción de agua descargada se redujo a 1/6 del método convencional.

TABLA 2

<u>Experimento</u> <u>nº</u>	<u>Cantidad de absor-</u> <u>ción de ácido glu-</u> <u>támico g/eq - resi-</u> <u>na eq-resina</u>	<u>Absorbancia del pri-</u> <u>mer efluente (-log T)</u> <u>a 400^mu</u>	<u>Absorbancia del</u> <u>último efluente</u> <u>(-log T) a 400^mu</u>
1	23,8	0,090	0,040
2	23,3	0,130	0,060
3	23,7	0,180	0,080
4	24,0	0,110	0,070
5	21,5	0,150	0,120
6	23,8	0,210	0,115
7	24,0	0,128	0,080
8	23,2	0,145	0,090
9	22,7	0,202	0,100
10	24,1	0,113	0,160

20

REIVINDICACIONES

25

Los puntos de invención propia y nueva que

se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

5
10
15
20
la.- Un procedimiento de lavado de una resina de cambio de iones, que comprende: (i) agitar un lecho de resina de cambio de iones al que se le ha interrumpido un suministro de líquido y en donde se ha depositado un suspensoide principalmente en la capa superior de dicho lecho, y dispersar dicho suspensoide depositado sobre la totalidad del lecho, o trasladar el suspensoide a la capa inferior; (ii) descargar una cantidad sustancialmente total del líquido que mantiene en suspensión a dicho suspensoide y llena un espacio entre cada glóbulo de la resina de cambio de iones; y (iii) llenar dicho espacio con agua de nueva aportación o con un líquido suministrado en la operación siguiente.

2a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que dicha agitación es burbujeo.

3a.- Un procedimiento de lavado de una resina de cambio de iones.

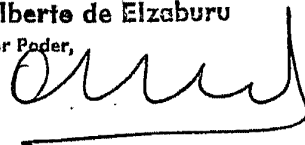
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 14.ENE.1977

P.A.

Alberte de Elzaburu
Por Poder,



EXPLICACION DE LAS REPRESENTACIONES GRAFICAS DE LOS DIBUJOS

Figura 1

Ordenadas: Recuperación, %

Abscissas: Volumen de líquido descargado (VR)

- : Célula
- ▽: Sustancia colorante
- : Nitrógeno efectivo
- : Presente invención
- : Método convencional

Figura 2

Ordenadas (eje izquierdo): Recuperación, g

Ordenadas (eje derecho): Recuperación de células (% en volumen)

Abscissas: Volumen de líquido descargado

- ◻: Demanda biológica de oxígeno
- : Demanda química de oxígeno

FIG. 1

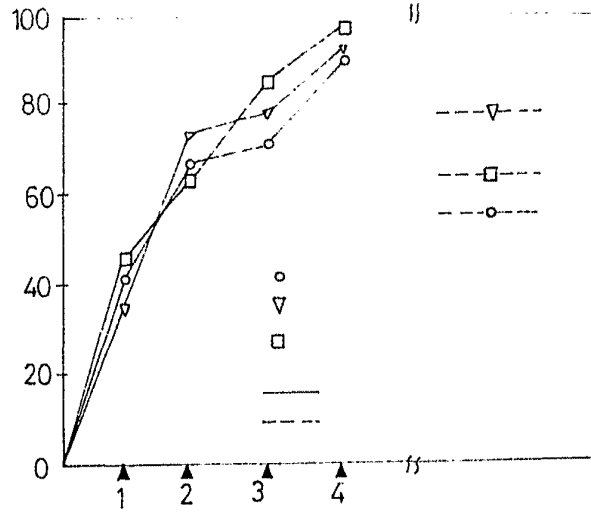
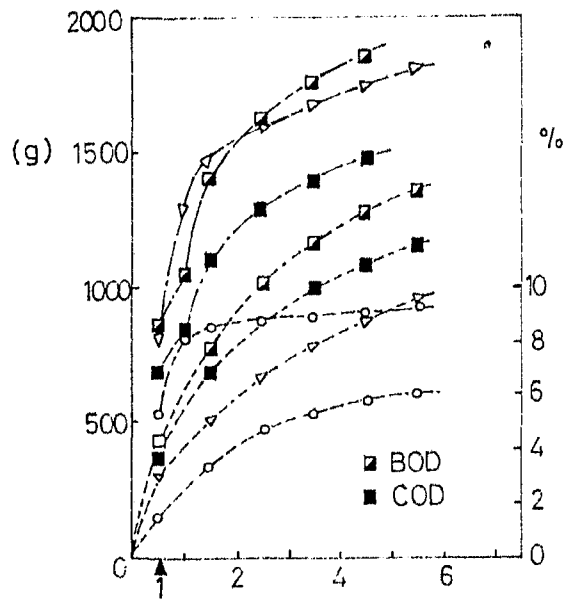
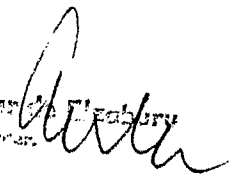


FIG. 2




 Oscar J. Feunary
 S.W. Eng'g.