



ESPAÑA

19	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	485723		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			6 NOV. 1979		

(RÉf. 550 V)

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31) NUMERO		
29701 A/78	13 Noviembre 1978	Italia
22247 A/79	30 Abril 1979	Italia
25904 A/79	21 Septiembre 1979	Italia

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C02C 5/04	

64 TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE AGUAS RESIDUALES E INSTALACION PARA SU REALIZACION"

71 SOLICITANTE (ES)

GIUSEPPE GALASSI

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Via Inama, 11 - MILAN (Italia)

72 INVENTOR (ES)

el peticionario.

73 TITULAR (ES)

GIUSEPPE GALASSI

74 REPRESENTANTE

D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

MEMORIA DESCRIPTIVA

En el proceso de oxidación en húmedro destinado a la purificación de aguas residuales presenta considerables ventajas el empleo de oxígeno en lugar de aire; asimismo, el empleo de oxígeno líquido elimina la necesidad de instalar costosas unidades de compresión. La adición de ozono mejora la reactividad de la reacción de oxidación. La adición de sustancias orgánicas en las aguas residuales convierte al procedimiento en autógeno con respecto al calentamiento.

Las técnicas actualmente adoptadas para el tratamiento de aguas residuales incluyen en general, esencialmente, dos métodos operativos:

- a) separación de sustancias contaminantes del agua; decantación, precipitación, adsorción, osmosis inversa, etc.
- b) destrucción de agentes contaminantes presentes en el agua; la oxidación biológica con lodo activado, incineración, oxidación química, digestión anaeróbica, etc.

Entre los procedimientos que implican la destrucción de agentes contaminantes la oxidación es uno de los más importantes, tal como lo demuestran los índices universalmente adoptados para designar el grado de contaminación de las aguas, o sea BOD, COD, TOC.

El oxígeno es el agente más económico actualmente conocido, pero es escasamente reactivo a la temperatura del ambiente. Es posible operar en tres factores para aumentar la velocidad de oxidación:

- a) aumentar la temperatura
- b) utilizar un catalizador

- c) utilizar lodo activado, que constituye un tipo de catalizador natural de los procesos de oxidación.

En los hornos de incineración se utiliza alta temperatura como un medio para destruir las sustancias contaminantes, en donde las aguas residuales se calientan hasta 1000 - 1200°C. A esta temperatura los contaminantes alcanzan la completa oxidación dentro de menos de 1,5 segundos.

Sin embargo, no es necesario alcanzar temperaturas tan elevadas; normalmente una temperatura de 200-300°C es suficiente para obtener una reducción de aproximadamente del 90% del COD. El proceso que consiste en la oxidación de contaminantes a temperaturas superiores a 105°C y presiones superiores a 2 bars se ha denominado "oxidación en húmedo" y tal es la denominación adoptada en este invento, pero hasta ahora se ha llevado a cabo solo con el empleo de aire como el medio oxidante. Los inconvenientes relativos al empleo de aire en este proceso son evidentes; estos inconvenientes van de la necesidad de instalar costosas unidades de compresión del aire al sobredimensionado de los reactores debido a la presencia de nitrógeno y a la inferior reactividad del aire en comparación con el oxígeno puro.

Ahora se ha descubierto que con el empleo de oxígeno puro en lugar de aire en este proceso conduce a ventajas considerables. Otra ventaja se obtiene en el caso de utilización de oxígeno líquido debido a que éste puede almacenarse en el tanque y bombearse, en fase líquida, a la planta de oxidación por medio de una bomba de alta presión; luego se vaporiza el oxígeno en un evaporador, alcanzando así, en su fase gaseosa, una presión corres-

pondiente a la capacidad de la bomba: de este modo se obtiene un ahorro considerable de energía de compresión y una inversión muy inferior.

5. Por consiguiente, el objeto del invento es un proceso de oxidación en húmedo de los contaminantes contenidos en las aguas residuales, que se caracteriza por el empleo, en calidad de agente oxidante, de oxígeno líquido o de una mezcla gaseosa conteniendo oxígeno con concentración superior al 60% en volumen.

10. Otro objeto del invento comprende el proceso de calentamiento de la mezcla agua residual/oxígeno, que se somete a oxidación en húmedo. Este calentamiento se lleva a cabo de cuatro formas distintas:

1 - Calentamiento autógeno

15. En el proceso de "oxidación en húmedo" es indispensable alcanzar una temperatura mínima de 170°C con respecto al agua que ha de purificarse con el fin de obtener una buena purificación, pero en la mayoría de los casos es necesario operar a una temperatura de 20. 250°C (y más todavía cuando se desea reducir el tiempo de contacto): en efecto, aumentando la temperatura de oxidación se obtiene un aumento del campo de oxidación y una disminución del tiempo de contacto.

25. Cuando, por otra parte, se adiciona una cantidad significativa de sustancia orgánica tal como alcohol etílico o algún otro compuesto orgánico capaz de producir una reacción exotérmica oxidativa en presencia de oxígeno al agua que ha de someterse a purificación, la reacción térmica se desarrolla tan pronto como se 30. alcanza una temperatura de 220-250°C. Este calor hace que la temperatura del agua se eleve hasta valores que exceden

aún los valores de los medios de calentamiento utilizados.

Puede parecer paradójico que, con el fin de destruir el COD, así como otras sustancias contaminantes oxidables contenidas en el agua que ha de purificarse, 5. deba adicionarse al agua una sustancia orgánica que implica un aumento considerable del COD inicial, pero debe tenerse en cuenta que gracias al aumento de temperatura producido por esta adición en los procesos de oxidación en húmedo se obtiene una reducción del COD 10. y de los otros contaminantes muy superior, tanto en el porcentaje como en términos absolutos, a la obtenible tratando las aguas residuales sometidas a purificación en su estado natural.

2 - Calentamiento por llama

15. En lugar de adicionar sustancias orgánicas tal como se ha descrito previamente para aumentar la temperatura del agua se llevó a cabo el calentamiento directo por medio de una llama en hornos de conducto de acero, merced a lo cual pueden alcanzarse temperaturas 20. de 300°C y aún de 400°C sin dificultad.

3 - Calentamiento con fluidos diatérmicos

Otra posibilidad que se explota consiste en el empleo de mezclas de sales fundidas, por ejemplo 25. nitrato sódico, nitrato potásico y nitrito sódico, que son sólidas hasta a alrededor de 150°C y se licuan a temperaturas superiores, y pueden utilizarse sin problemas hasta temperaturas que superan 500°C; por consiguiente es posible utilizar estas sales para calentar el agua 30. que ha de purificarse en un intercambiador de calor, llevando a cabo el proceso de calentamiento de las sales anteriores en equipo separado.

4 - Inyección directa de vapor en el agua residual

La temperatura de oxidación del agua residual se ha alcanzado también mediante inyección directa en el reactor y después de la oxidación se ha enfriado el efluente de salida por medio de inyección directa de agua fría.

Otro objeto del invento se proporciona mediante la adición de ozono al oxígeno utilizado para la oxidación. Es conocido que para hacer que descienda la temperatura de oxidación se utilizan catalizadores, pero este fenómeno se ha verificado hasta ahora en la fase de vapor, mientras que la adopción de catalizadores en la fase líquida ha dado pobres resultados : existe también el problema de recuperar y reciclar el catalizador que en la mayoría de los casos es sólido.

Se ha descubierto ahora que cuando se utiliza ozono, en lugar del catalizador, como un aditivo al oxígeno, no solo se obtienen mayores ventajas con respecto al empleo de catalizadores, sino que debido a que el ozono produce oxígeno en el curso de la reacción de oxidación, se elimina el problema de su recuperación o el fenómeno de contaminación de las aguas residuales.

Otro objeto del invento es la planta de oxidación en húmedo, ilustrada a título de ejemplo, pero sin ninguna restricción sobre otras modalidades, en el dibujo adjunto.

Se adiciona una sustancia orgánica apropiada (2) al agua residual contaminada (1) y así mezclada (3) sufre un primer tratamiento de calentamiento por debajo de 95°C en el intercambiador G recuperando cierto calor del efluente de salida; luego se bombea a tra-

vés de la bomba de alta presión A (5) a la mezcladora B en la que se inyecta oxígeno (17), absorbiéndose este último en su fase líquida del contenedor I y por medio de la bomba de alta presión H y se gasifica en el evaporador L en donde el líquido de calentamiento es agua, de aquí que el ozono se le adiciona por medio de ozonizador P.

Las aguas residuales enriquecidas en oxígeno se llevan a la temperatura del proceso en el intercambiador C utilizando un fluido diatérmico apropiado.

El fluido diatérmico se calienta de forma continua por medio del horno de llama O y se hace circular a través de la bomba N, mientras que la licuación de partida requerida tiene lugar en el contenedor M.

Las aguas residuales, calentadas en la forma anterior, se conducen al reactor D, en donde permanecen durante el tiempo necesario para obtener la oxidación y luego se refrigeran en el intercambiador E, en donde se recupera el calor en forma de vapor. En la salida (9) el agua residual se conduce al separador F y (10) hacia el intercambiador G y por último se descarga (11).

El invento se ilustra, pero sin limitación, por medio de los ejemplos siguientes.

EJEMPLO 1.

Un agua residual procedente de la industria de pulpa y papel llamada "black liquor" con un COD de 347.000 mg/l se trató en la planta de oxidación en húmedo según el dibujo adjunto a la temperatura de oxidación de 280-380°C; el efluente de salida tuvo un COD inferior a 2.000 mg/l.

EJEMPLO 2.

Al igual que antes se trató un agua residual con un contenido de amoníaco de 16.150 mg/l. A una temperatura de oxidación de 260°C se redujo el contenido de amoníaco a un valor residual del 75% y, a la temperatura de oxidación de 310°C, hasta un valor residual del 14%.

EJEMPLO 3.

Se trató en la forma antes indicada, un agua residual denominada "licor amoniaca1" con un COD de 35.250 mg/l y su CUD se redujo hasta 1,250 mg/l a una temperatura de 250°C.

EJEMPLO 4.

Se trató en la forma antes indicada, un agua residual conteniendo alcohol etílico y otros contaminantes con un COD de 66.662 mg/l y se redujo su COD hasta 4.330 mg/l a una temperatura de 235-245°C.

EJEMPLO 5.

Se trató en la forma antes indicada, un agua residual llamada "sprung water" con un COD de 80.500 mg/l y fenol 7.500 mg/l a la temperatura de oxidación de 250°C: el efluente de salida mostró un COD de 4.830 mg/l y fenol de 113 mg/l sin agitación en el reactor y de 10 mg/l con agitación en el reactor.

EJEMPLO 6.

Se trataron en la planta de oxidación en húmedo mostrada en el dibujo adjunto determinadas aguas residuales derivadas de procesos de síntesis orgánicos con un COD de 81.000 mg/l a una temperatura de 190-200°C y con un tiempo de contacto de 20 mins. obteniéndose un efluente de salida con un COD de 22.350 mg/l.

Las aguas residuales antes citadas cuyo COD se había elevado hasta 163.000 mg/l con la adición de los mismos contaminantes contenidos en el agua residual se trataron en la planta de oxidación en húmedo ilustrada en el dibujo adjunto. La temperatura de reacción se elevó en forma autógena de 220°C a 280°C excediendo, durante algún tiempo, aún este valor; el efluente de salida mostró un COD de solo 138 mg/l.

EJEMPLO 7.

10. Se trataron en una planta continua de oxidación en húmedo, tal como se representa en el dibujo adjunto, ciertas aguas residuales con un COD inicial de 67.000 mg/l, a una temperatura de proceso de 245°C; el COD se redujo hasta un valor residual de 5.158 mg/l.

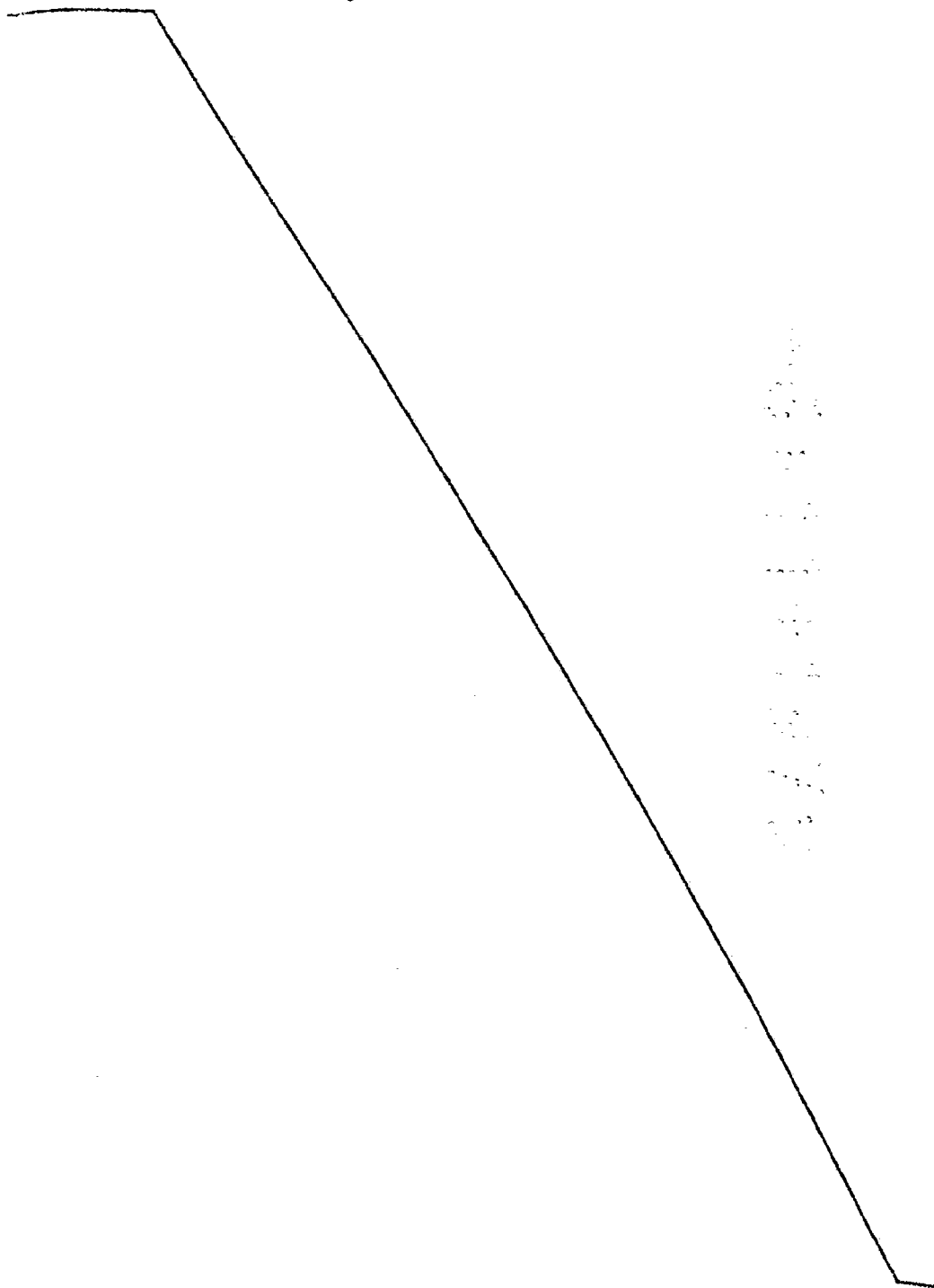
15. Se trató en la planta de oxidación en húmedo ilustrada en el dibujo adjunto el agua residual antes indicada cuyo COD se elevó hasta 423.000 mg/l con la adición de los contaminantes; la temperatura se elevó desde un valor inicial de 245°C hasta un valor operativo entre 290°C y 305°C y el efluente de salida medido en el momento del análisis exhibió un valor COD de solo 125 mg/l.

Se obtienen resultados igualmente positivos con la adición de sustancias orgánicas solubles en agua tal como etanol al agua residual que ha de tratarse.

25. EJEMPLO 8.

Ciertas aguas residuales derivadas del proceso de producción de acrilonitrilo con un COD de 75.000 mg/l y CN⁻ evaluado a 0,475% exhibieron un COD final de 4.350 mg/l y ausencia de cianuro, operando a 260°C, mientras que el rendimiento de separación de COD fue del 94%. Con la adición de ozono al oxígeno se obtiene

una notable reducción de la temperatura y del tiempo de contacto, que fue de la mitad; la temperatura se redujo en más de 50°C.



N O T A

Descrito el objeto del presente invento se delcaran como nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

5. 1.- Un procedimiento para la purificación de aguas residuales e instalación para su realización mediante oxidación en húmedo de sustancias contaminantes contenidas en las mismas, o de cualquier otra sustancia contenida en otras soluciones o de lodos derivados de plantas de tratamiento o residuos de elaboración industrial, caracterizado porque la citada oxidación se lleva a cabo con una composición de elementos de los que por lo menos el 60% está constituido por oxígeno y el porcentaje restante por elementos que son inertes con respecto a la oxidación.
10. 2.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado en su realización porque la citada oxidación se lleva a cabo con oxígeno líquido.
15. 3.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en una realización opcional se adiciona ozono al oxígeno, o a sus composiciones con elementos inertes.
20. 4.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque la operación se lleva a cabo a temperaturas superiores a 170°C.
25. 5.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque el calor requerido para alcanzar y mantener la temperatura operativa se obtiene adicionando cualquier sustancia fácilmente oxidable por oxígeno a las aguas residuales sometidas a oxidación.
- 30.

- 6.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque opcionalmente el calor requerido para alcanzar y mantener la temperatura operativa se proporciona del exterior, a la
5. mezcla de agua residual, mediante calentamiento por llama directa del reactor, o bien por medio de fluido diatérmico caliente, constituido por una mezcla de sales fundida.
- 7.- Un procedimiento, de conformidad con
10. las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que la instalación para su realización comprende un sistema de inyección de oxígeno líquido mediante una bomba de alta presión y un evaporador para su gasificación y, asimismo, un ozonizador acoplado en el propio conducto de oxígeno gaseoso o en una derivación para incorporar ozono
15. al citado oxígeno.
- 8.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 7, caracterizado porque la citada instalación comprende también medios de mezclado del oxígeno, opcionalmente ozonizado, con el agua residual, antes de
20. alcanzar el reactor de oxidación, y medios de calefacción de la mezcla conducida a la reacción bien por fluido diatérmico a base de sales fundidas, o bien por llama directa.
- 9.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 7 y 8, caracterizado porque en la citada instalación el intercambiador de calor destinado a calentar el agua residual, el reactor y el intercambiador de calor destinado a enfriar el agua residual están
25. constituidos por un tubo único calentado exteriormente en su parte inicial y enfriado, siempre exteriormente, en
- 30.

su parte final.

10.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 7 a 9, caracterizado porque en la citada instalación el reactor donde se verifica el proceso de oxidación está equipado con agitador.

11.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 7 a 10, caracterizado porque en la citada instalación se comprende también un sistema de inyección directa de vapor a alta presión, para llevar las aguas residuales a la temperatura de oxidación y un sistema de enfriamiento del agua residual oxidada mediante inyección directa de agua.

12.- Un procedimiento para la purificación de aguas residuales e instalación para su realización.

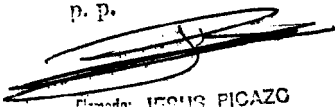
Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 13 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

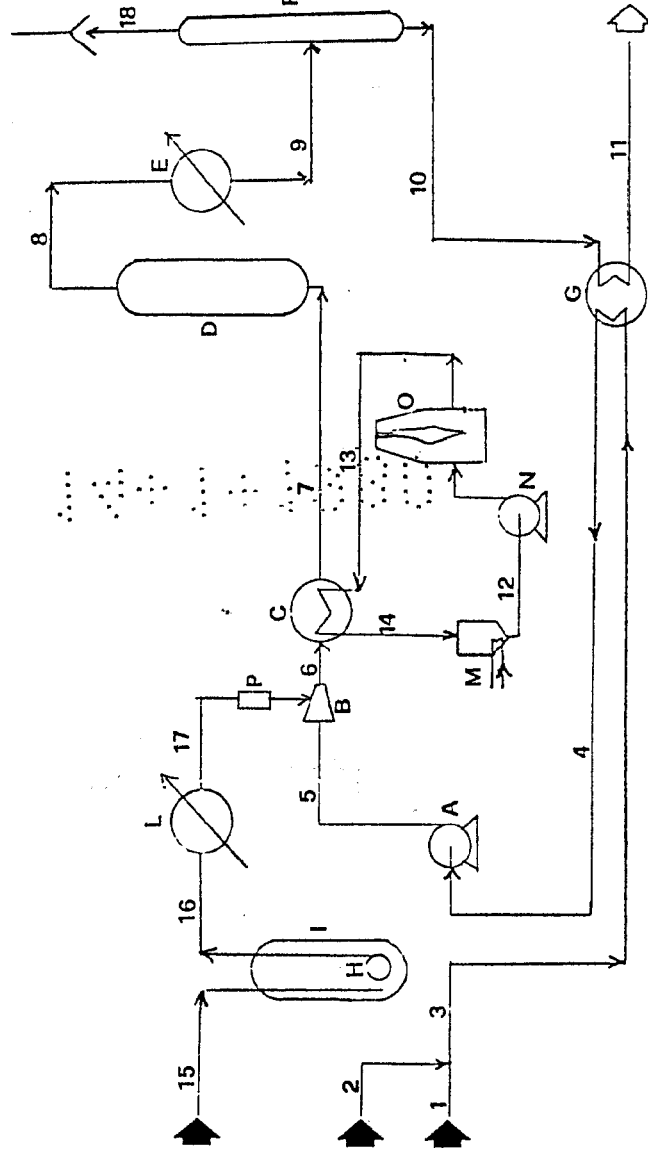
Madrid, a 6 Noviembre 1979

P.a.

JAIME ISERN


P. P.


Encom. JESUS PICAZO

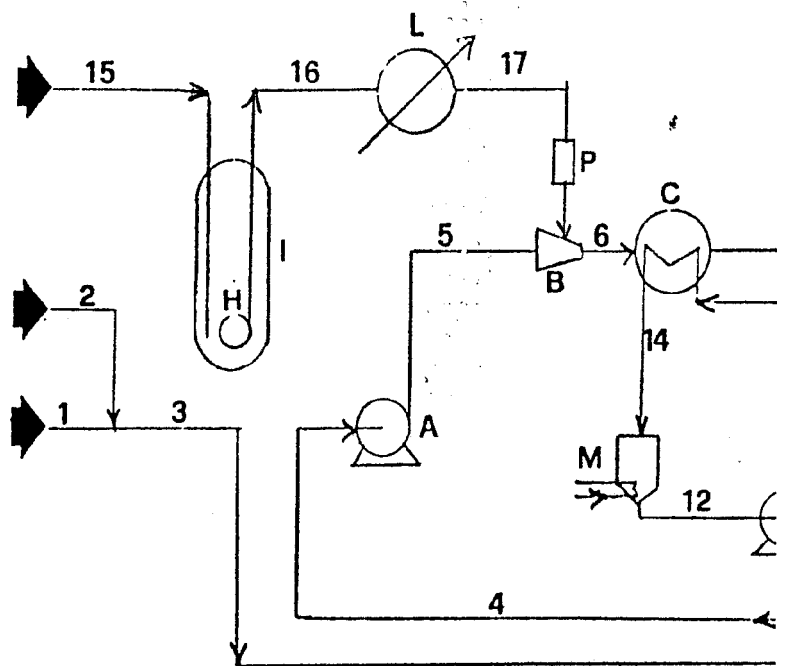


Madrid.a
P.a.

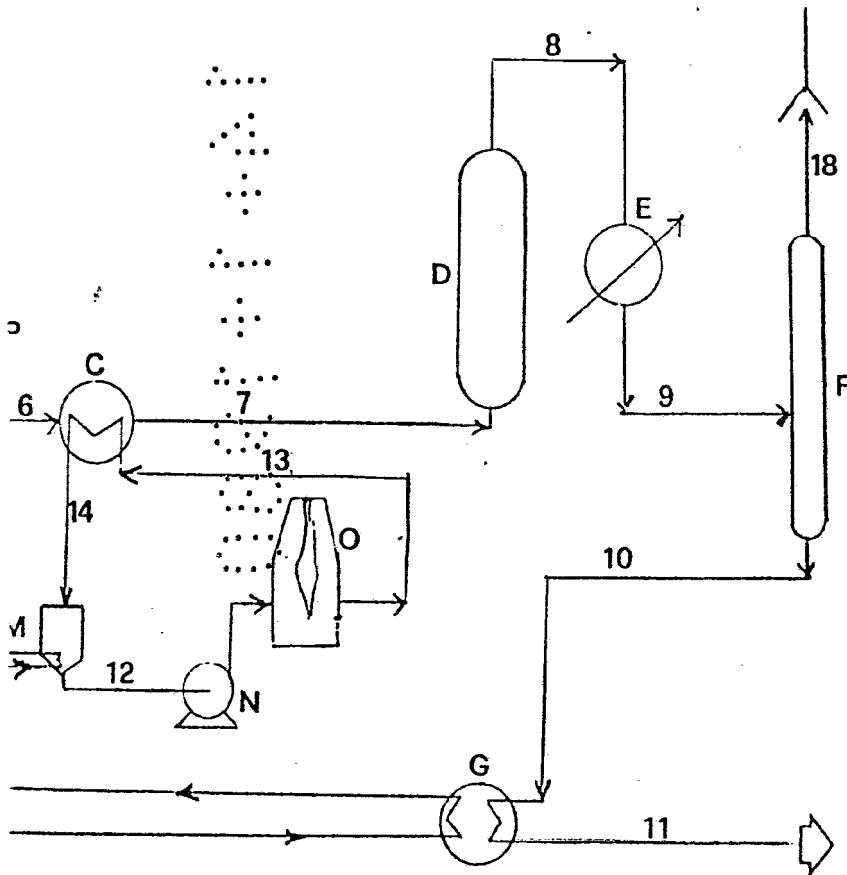
J. ALME IBERN
P.P.


Firmado: JESUS FIGAZO

Don. GIUSEPPE GALASSI .



Scala variable.



Madrid. a
p.a.

JAIIME ISERN
P. P.

Firmado: JESUS PICAZO