

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 807 272**

51 Int. Cl.:

B01D 61/36 (2006.01)

C01B 33/193 (2006.01)

C01D 5/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.06.2016 PCT/EP2016/062359**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.02.2017 WO17016712**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.06.2016 E 16727443 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.05.2020 EP 3328523**

54 Título: **Procedimiento para la recuperación de sulfato de sodio**

30 Prioridad:

28.07.2015 EP 15306229

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.02.2021

73 Titular/es:

**RHODIA OPERATIONS (100.0%)
52, rue de la Haie Coq
93300 Aubervilliers, FR**

72 Inventor/es:

**HORBEZ, DOMINIQUE y
DRIOLI, ENRICO**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 807 272 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la recuperación de sulfato de sodio

Referencia a aplicaciones relacionadas

Esta solicitud reivindica la prioridad de la solicitud europea EP15306229.4 presentada el 28 de julio de 2015.

5 Campo técnico

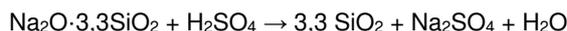
La invención se refiere a un procedimiento energéticamente eficiente para la recuperación de sulfato de sodio del agua, en particular del agua derivada de un procedimiento de fabricación de sílice precipitada.

Antecedentes de la técnica

10 El sulfato de sodio (Na₂SO₄) es un producto básico ampliamente usado en las industrias de fabricación de detergentes y papel.

Cada año, en la fabricación de sílice precipitada, se generan grandes volúmenes de aguas residuales que contienen Na₂SO₄. Hasta ahora, en vista de su abundante disponibilidad y coste reducido, la recuperación de Na₂SO₄ de estas aguas residuales no ha sido económicamente atractiva.

15 La sílice precipitada es una forma sintética, finamente dividida, blanca, amorfa de dióxido de silicio. La sílice precipitada se obtiene típicamente mediante la reacción de una disolución de silicato alcalino con un ácido mineral. En un procedimiento típico, las disoluciones de ácido sulfúrico y silicato de sodio se hacen reaccionar bajo agitación según el siguiente esquema de reacción:



El precipitado resultante se filtra, se lava y se seca en el procedimiento de fabricación.

20 El procedimiento de producción de sílice precipitada genera grandes volúmenes de aguas residuales que contienen grandes cantidades de sulfato de sodio disuelto. Aunque el sulfato de sodio es seguro para el medio ambiente, la posibilidad de recuperarlo de las aguas residuales de sílice precipitada de una manera económicamente viable representaría una mejora ventajosa del procedimiento general de fabricación de sílice precipitada.

25 Al final del procedimiento de fabricación también se requieren grandes cantidades de calor para secar la sílice precipitada húmeda. El secado se puede llevar a cabo usando cualquier técnica conocida, tal como secado por pulverización, secado en lecho fluido, secado rotativo, y similares, en el que una suspensión que contiene las partículas de sílice precipitada se seca por medio de aire seco caliente. Al final del procedimiento de secado, se descargan grandes volúmenes de gas caliente, principalmente vapor de agua, del aparato de secado, y típicamente se desperdician.

30 Ahora se ha encontrado que es posible usar el calor residual de la etapa de secado en un procedimiento de fabricación de sílice precipitada en un procedimiento de destilación por membranas que permite recuperar Na₂SO₄ de una corriente de agua.

35 El procedimiento es particularmente ventajoso cuando la corriente de agua que contiene Na₂SO₄ se produce en el procedimiento de fabricación de sílice precipitada. La combinación del calor descargado de la etapa de secado con el procedimiento de destilación por membranas permite una ruta económicamente ventajosa para la recuperación de Na₂SO₄ del agua generada en el procedimiento de fabricación de sílice precipitada.

40 Se ha encontrado que el diferencial de temperatura requerido para un procedimiento de destilación por membranas para la recuperación de Na₂SO₄ del agua, en particular del agua producida en un procedimiento de fabricación de sílice precipitada, puede obtenerse ventajosamente usando el calor residual contenido en el flujo de gas caliente descargado de la etapa de secado del propio procedimiento de fabricación de sílice precipitada.

Resumen de invención

45 Un primer objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la recuperación de Na₂SO₄ de una corriente de agua por medio de un procedimiento de destilación por membranas, usando dicho procedimiento el calor generado en un aparato de secado para proporcionar y mantener el gradiente térmico necesario para el procedimiento de destilación por membranas.

Un segundo objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento económicamente ventajoso para la fabricación de sílice precipitada, que comprende la recuperación de Na₂SO₄ del agua que contiene Na₂SO₄.

Breve descripción de los dibujos

Figura 1: es un diagrama de bloques de una realización del procedimiento de la invención que comprende: un intercambiador de calor HE para elevar la temperatura de la corriente de agua W_0 usando el flujo de gas caliente F_i descargado de un aparato de secado DR; y una unidad de destilación por membranas MD para la concentración de la corriente de agua W_i que contiene Na_2SO_4 .

Figura 2: es un diagrama de bloques de un procedimiento para la preparación de sílice precipitada, que comprende el procedimiento de la invención para la recuperación de Na_2SO_4 , que muestra: un reactor de precipitación de sílice PR; una unidad de filtración y lavado de sílice FW; un aparato de secado DR; un intercambiador de calor HE y una unidad de destilación por membranas MD.

Figura 3: es un diagrama de bloques de una realización del procedimiento para la preparación de sílice precipitada, que comprende el procedimiento de la invención para la recuperación de Na_2SO_4 , que muestra: un reactor de precipitación de sílice PR; una unidad de filtración y lavado de sílice FW; un aparato de secado DR; una unidad para el pretratamiento de la corriente de agua W_0 ; una unidad para la preconcentración de la corriente de agua W_0 ; un intercambiador de calor HE; una unidad de destilación por membranas MD y una unidad para la evaporación/ cristalización de Na_2SO_4 sólido de la corriente de agua W_f .

Descripción de la invención

Un primer objeto de la presente invención es un procedimiento para la recuperación de Na_2SO_4 de una corriente de agua, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de:

- proporcionar una corriente de agua W_0 que comprende Na_2SO_4 ;
- proporcionar un flujo de gas caliente descargado desde un aparato de secado;
- proporcionar calor a la corriente de agua W_0 en un intercambiador de calor mediante el flujo de gas caliente para obtener una corriente de agua W_i a una temperatura T_i ;
- proporcionar una unidad de destilación por membranas que comprende al menos una membrana que crea un lado de alimentación y un lado de permeado dentro de la unidad de destilación por membranas;
- alimentar la corriente de agua W_i , que comprende Na_2SO_4 a una concentración C_i , al lado de alimentación de la unidad de destilación por membranas, a una temperatura T_i mayor que la temperatura T_p en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas, para obtener una corriente de agua W_f que contiene Na_2SO_4 a una concentración $C_f > C_i$; y
- opcionalmente separar Na_2SO_4 sólido de la corriente de agua W_f .

La expresión "intercambiador de calor" se usa aquí para referirse a cualquier medio adecuado para transferir calor de un flujo de gas caliente a una corriente de agua. No hay limitaciones en el tipo o diseño del intercambiador de calor para uso en el procedimiento de la invención.

La transferencia de calor del flujo de gas caliente a la corriente de agua W_0 puede ser directo, lo que implica un contacto directo del gas caliente con la corriente de agua. Alternativamente, la transferencia de calor puede tener lugar indirectamente por medio de una o más etapas o dispositivos intermedios.

La etapa de proporcionar calor a la corriente de agua W_0 por medio del flujo de gas caliente puede tener lugar en la unidad de destilación por membranas. Alternativamente, la etapa de proporcionar calor a la corriente de agua W_0 por medio del flujo de gas caliente puede tener lugar independientemente de la unidad de destilación por membranas.

El procedimiento puede comprender etapas adicionales, tales como etapas de pretratamiento y/o concentración, antes de enviar la corriente de agua W_0 a la etapa de destilación por membranas.

La recuperación de Na_2SO_4 se puede lograr en forma de una disolución concentrada de Na_2SO_4 o en forma de Na_2SO_4 sólido.

Cuando Na_2SO_4 sólido es el producto final deseado, se pueden aplicar etapas adicionales a la corriente de agua W_f antes de recuperar Na_2SO_4 . Típicamente, la corriente de agua W_f se somete a una etapa de concentración por evaporación antes de recuperar el Na_2SO_4 como un sólido.

La expresión "corriente de agua W_0 " se usa aquí para referirse al agua que contiene Na_2SO_4 y opcionalmente otros contaminantes y que son emitidos por un procedimiento industrial. El Na_2SO_4 se recupera de la corriente de agua W_0 mediante el procedimiento de la invención. En la corriente de agua W_0 , Na_2SO_4 es el producto principal, es decir, el

producto que está presente en la concentración más alta. La corriente de agua que contiene Na_2SO_4 puede generarse en cualquier procedimiento industrial.

En una realización del procedimiento de la invención, el aparato de secado que proporciona el flujo de gas caliente y la corriente de agua W_0 derivan del mismo procedimiento industrial.

5 En una realización preferida del procedimiento de la invención, la corriente de agua que contiene Na_2SO_4 deriva de un procedimiento para la fabricación de sílice precipitada. Se conocen procedimientos para la preparación de sílice precipitada. Ejemplos no limitativos notables se describen, por ejemplo, en los documentos EP396450A, EP520862A, EP670813A, EP670814A, EP762992A, EP762993A, EP917519A, EP1355856A, WO03/016215, WO2009/112458, WO2011/117400.

10 Un procedimiento para la producción de sílice precipitada generalmente comprende las etapas de:

- hacer reaccionar al menos un silicato con al menos un agente acidulante, para proporcionar una suspensión de sílice;
- someter dicha suspensión de sílice a filtración, y opcionalmente lavar, para proporcionar una torta de filtro;
- opcionalmente someter dicha torta de filtro a una etapa de licuefacción para obtener una suspensión de sílice precipitada; y
- secar la suspensión de sílice precipitada húmeda obtenida después de la etapa de licuefacción en un aparato de secado.

15

La elección del agente acidulante y del silicato se realiza de una manera bien conocida en la técnica. Preferiblemente, se hace uso de ácido sulfúrico y silicato de sodio.

20 Se puede usar cualquier forma común de silicato en el procedimiento, tales como metasilicatos, disilicatos, y ventajosamente silicato de sodio. El silicato de sodio generalmente exhibe una relación $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ en peso de entre 2,0 y 4,0, en particular entre 2,4 y 3,9, por ejemplo, entre 3,1 y 3,8.

El silicato inicialmente presente en la vasija tiene convencionalmente una concentración (expresada en términos de SiO_2) de entre 40 y 330 g/l, por ejemplo, entre 60 y 300 g/l.

25 Inicialmente pueden cargarse, en la vasija de reacción, un silicato y un electrolito. Cuando se usan silicato de sodio y ácido sulfúrico como reactivos, el electrolito es típicamente sulfato de sodio.

Más específicamente, la corriente de agua adecuada para el procedimiento de recuperación de la invención puede obtenerse a partir de un procedimiento para la preparación de sílice precipitada, que comprende las siguientes etapas:

- hacer reaccionar silicato de sodio y ácido sulfúrico en un medio líquido acuoso para obtener una suspensión de sílice precipitada;
- separar la sílice precipitada del medio líquido acuoso para proporcionar sílice precipitada húmeda y una corriente de agua que contiene Na_2SO_4 .

30

El procedimiento para la preparación de sílice precipitada típicamente comprende al menos una etapa adicional de secado de la sílice precipitada húmeda en un aparato de secado, descargando dicho aparato un flujo de gas caliente.

35 La sílice precipitada húmeda, antes del secado, puede someterse a una o más operaciones de lavado. El agua recuperada de la una o más operaciones de lavado puede fusionarse con la corriente de agua recuperada de la etapa de separar la sílice precipitada del medio de reacción, para proporcionar una corriente de agua W_0 .

Ventajosamente, la corriente de agua W_0 consiste en la corriente de agua recuperada de la etapa de separar la sílice precipitada del medio de reacción.

40 En una realización ventajosa, el procedimiento de la invención para la recuperación de Na_2SO_4 de una corriente de agua comprende las etapas de:

- hacer reaccionar silicato de sodio y ácido sulfúrico en un medio líquido acuoso para obtener una suspensión de sílice precipitada;
- separar la sílice precipitada del medio líquido acuoso para proporcionar sílice precipitada húmeda y una corriente de agua W_0 que contiene Na_2SO_4 ;
- proporcionar un flujo de gas caliente descargado desde un aparato de secado;

45

- proporcionar calor a la corriente de agua W_0 en un intercambiador de calor mediante el flujo de gas caliente, para obtener una corriente de agua W_i a una temperatura T_i ;
 - proporcionar una unidad de destilación por membranas que comprende al menos una membrana que crea un lado de alimentación y un lado de permeado dentro de la unidad de destilación por membranas;
- 5 - alimentar la corriente de agua W_i , que comprende Na_2SO_4 a una concentración C_i , al lado de alimentación de la unidad de destilación por membranas, a una temperatura T_i mayor que la temperatura T_p en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas, para obtener una corriente de agua W_f que contiene Na_2SO_4 a una concentración $C_f > C_i$; y
- opcionalmente separar Na_2SO_4 sólido de la corriente de agua W_f .
- 10 La corriente de agua W_0 contiene Na_2SO_4 a una concentración C_0 .
- La concentración de Na_2SO_4 , así como la naturaleza y las cantidades respectivas de otros iones o compuestos presentes en la corriente de agua W_0 , puede variar ampliamente, y puede depender de diferentes factores.
- Un factor que puede determinar la composición de la corriente de agua W_0 es la fuente y la naturaleza química de la arena usada en el procedimiento de fabricación de silicatos. Se sabe que los silicatos de sodio se obtienen por tratamiento en caliente de arena de cuarzo natural con hidróxido de sodio o con carbonato de sodio.
- 15 Un segundo posible factor que afecta la composición de la corriente de agua W_0 puede ser el procedimiento para la preparación de la propia sílice precipitada, que puede implicar diferentes relaciones para los agentes reaccionantes, la presencia de electrolitos o aditivos específicos, u otras variaciones en el procedimiento.
- Iones adicionales que pueden estar presentes en la corriente de agua W_0 son típicamente Ca, Mg, Al, Fe. Corriente de agua W_0 típicamente también contiene sílice, tanto en forma suspendida como disuelta.
- 20 La concentración de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_0 puede variar ampliamente, y no es un factor limitante en la capacidad del procedimiento de la invención para recuperar de manera efectiva Na_2SO_4 . La concentración C_0 puede ser tan baja como 2,0% en peso, incluso tan baja como 3,0% en peso. La concentración C_0 puede ser hasta 8,0% en peso, incluso hasta 10,0% en peso. Valores típicos de concentración C_0 pueden estar entre 2,5 a 7,0% en peso, incluso entre 3,5 y 6,5% en peso.
- 25 En el procedimiento de la invención (mostrado esquemáticamente en la Figura 1), la corriente de agua W_0 , como se definió anteriormente, se alimenta a un intercambiador de calor (indicado como HE en la Figura 1), en el que el calor es proporcionado por el flujo de gas caliente (indicado como F_i) que se descarga mediante un aparato de secado (identificado como DR en la Figura 1).
- 30 La temperatura de la corriente de agua W_0 generalmente se eleva en el intercambiador de calor de T_0 a T_i debido al calor proporcionado por el flujo de gas caliente.
- La expresión "corriente de agua W_i " se usa aquí para indicar la corriente de agua a temperatura T_i . La temperatura T_i de la corriente de agua W_i a la salida del intercambiador de calor y en la entrada de la unidad de destilación por membranas se seleccionará en función de las condiciones de funcionamiento del procedimiento.
- 35 La temperatura inicial T_0 de corriente de agua W_0 depende de varios factores, incluida su fuente. Cuando la corriente de agua W_0 es una corriente de agua producida durante la etapa de filtración en el procedimiento de fabricación de sílice precipitada, en la que la sílice precipitada húmeda se separa del medio de reacción acuoso, su temperatura T_0 puede ser hasta 70°C, incluso hasta 85°C.
- 40 Cuando la corriente de agua W_0 es una corriente de agua producida mediante la combinación de la corriente de agua producida durante la etapa de filtración, como se discutió anteriormente, y el agua que deriva de una o más operaciones de lavado de la sílice precipitada húmeda, la temperatura generalmente no supera los 50°C, incluso 40°C.
- Cuando la corriente de agua W_0 se somete a una etapa de preconcentración usando nanofiltración u ósmosis inversa, como se describe más adelante, la temperatura T_0 tampoco suele superar los 50°C, incluso 40°C, para evitar dañar las membranas de ultrafiltración u ósmosis inversa.
- 45 La temperatura de la corriente de agua W_0 es generalmente de al menos 15°C.
- La destilación por membranas es un procedimiento impulsado térmicamente en el que se habilita la separación debido al cambio de fase: una membrana, típicamente una membrana hidrófoba porosa, proporciona una barrera para la fase líquida, pero permite que la fase de vapor (por ejemplo, vapor de agua) pase a través de los poros de la membrana, que se condensa en el otro lado de la membrana. La fuerza impulsora del procedimiento está dada por una diferencia

de presión de vapor parcial provocada por una diferencia de temperatura: cuanto mayor es el gradiente de temperatura entre los dos lados de la membrana, mayor es la productividad del procedimiento de destilación por membranas. El procedimiento generalmente requiere altas cantidades de energía térmica para mantener el gradiente de temperatura a través de la membrana: la evaporación del agua de un lado de la membrana promueve una reducción de la temperatura de la corriente de agua, que debe estar a la temperatura más alta, y de este modo se ha de proporcionar constantemente calor a esta corriente de agua para mantener su temperatura.

De este modo, es necesario, para mantener la eficiencia del procedimiento de destilación por membranas, aumentar la temperatura de la corriente de agua antes de alimentarla a la unidad de destilación por membranas, y mantenerla a un nivel tal que se mantenga un diferencial de temperatura a través de la membrana en todo el procedimiento de destilación por membranas.

En el procedimiento de la invención, el calor requerido para lograr y mantener el diferencial de temperatura a través de la membrana se proporciona en un intercambiador de calor, como se definió anteriormente, que funciona usando el calor residual descargado por un aparato de secado. Cualquier intercambiador de calor convencional puede usarse para este fin. Se puede usar más de un intercambiador de calor, del mismo tipo o diferente, dependiendo de la configuración del sistema.

El aparato de secado puede ser cualquier secador convencional que descargue un flujo de gas caliente que puede usarse en un intercambiador de calor para calentar una corriente de agua.

La expresión "gas caliente" se usa aquí para indicar un gas que tiene una temperatura mayor que la temperatura ambiente, y en particular mayor que 70°C. La temperatura del gas caliente es preferiblemente de al menos 85°C, más preferiblemente de al menos 100°C. La temperatura del gas caliente no suele superar los 150°C.

En una realización preferida del procedimiento de la invención, el aparato de secado es un secador en el que la sílice precipitada húmeda se seca para proporcionar sílice precipitada.

Se puede usar cualquier aparato de secado adecuado para el secado de polvos, tal como un secador por pulverización, un secador rotativo, un secador de lecho fluido, y similares. El secado de sílice precipitada puede llevarse a cabo, ventajosamente, mediante secado por pulverización. Para este fin, se puede usar cualquier tipo adecuado de secador por pulverización, tal como un secador por pulverización de turbina o un secador por pulverización de boquilla (boquilla de presión líquida o de dos fluidos).

En una operación típica de secado por pulverización para el secado de sílice precipitada, el flujo de gas caliente descargado desde el secador está a una temperatura de al menos 90°C, incluso de al menos 100°C. La temperatura del gas caliente no supera los 150°C.

El gas caliente se compone típicamente de aire y vapor de agua.

En una realización energéticamente ventajosa del procedimiento, la corriente de agua W_i se alimenta al intercambiador de calor a una temperatura T_0 de 40 a 80°C, y se calienta a una temperatura T_i de 45 a 85°C.

La cantidad de calor proporcionada a la corriente de agua W_i en el intercambiador de calor es tal que el diferencial de temperatura a través de la membrana en la unidad de destilación por membranas es de al menos 5°C, preferiblemente de al menos 10°C.

Una vez que se proporciona la cantidad requerida de calor a la corriente de agua W_i en el intercambiador de calor, la corriente de agua W_i se alimenta a la unidad de destilación por membranas. El intercambio de calor puede tener lugar dentro de la unidad de destilación por membranas, o por separado.

Una unidad de destilación por membranas generalmente comprende al menos una membrana, típicamente una membrana hidrófoba porosa, que define un lado de alimentación y un lado de permeado dentro de la unidad de destilación por membranas.

La expresión "lado de alimentación" se usa para identificar el lado de la unidad a la que se alimenta la corriente de agua que se ha de concentrar, mientras que la expresión "lado de permeado" se usa para identificar el lado de la unidad en la que se recoge el agua que permea.

En el procedimiento de la invención, la corriente de agua W_i que contiene Na_2SO_4 entra a la unidad de destilación por membranas en el lado de alimentación.

En la entrada de la unidad de destilación por membranas, la corriente de agua W_i contiene Na_2SO_4 a una concentración C_i y tiene una temperatura T_i que es mayor que la temperatura T_p en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas. La temperatura T_i es al menos 5°C, preferiblemente al menos 10°C, mayor que la temperatura T_p en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas. La diferencia de temperatura transmembránica

induce un diferencial de presión de vapor que causa un flujo de vapor desde el lado de alimentación hacia el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas. Las moléculas volátiles se evaporan en la interfaz de líquido-vapor caliente, cruzan los poros de la membrana en fase de vapor desde el lado de alimentación hasta el lado de permeado, y se condensan en el lado de permeado de la unidad.

- 5 El efecto neto del procedimiento es un aumento en la concentración de Na_2SO_4 en el lado de alimentación de la membrana, de modo que la corriente de agua W_i , que sale de la unidad de destilación por membranas, tiene una concentración C_i de Na_2SO_4 mayor que C_o .

10 Se obtiene agua en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas. Dicha agua contiene una cantidad muy baja de impurezas, si hay alguna, y puede usarse en cualquier procedimiento. Por ejemplo, puede reciclarse en cualquier etapa de un procedimiento de fabricación de sílice precipitada.

Se puede usar un diferencial de temperatura $T_i - T_p$ de al menos 5°C , preferiblemente de al menos 10°C , e incluso de hasta 25°C a través de la membrana para crear una fuerza impulsora capaz de generar un flujo de vapor considerable a través de la membrana, y al mismo tiempo un balance de energía sostenible. Generalmente, el diferencial de temperatura $T_i - T_p$ no supera los 50°C .

- 15 En una realización, la corriente de agua W_i se mantiene a una temperatura T_i que es al menos 5°C más alta, preferiblemente al menos 10°C más alta que la temperatura T_p .

La corriente de agua W_i puede mantenerse convenientemente a una temperatura T_i que es como máximo 40°C más alta que la temperatura T_p en el lado permeado de la membrana.

20 La temperatura T_p en el lado de permeado de la membrana está típicamente entre 25°C y 50°C , y, en cualquier caso, es al menos 5°C , preferiblemente al menos 10°C menor que la temperatura T_i de la corriente de agua W_i .

Cualquiera de las técnicas de destilación por membranas conocidas se puede usar en el procedimiento de la invención.

Ejemplos no limitativos de técnicas de destilación por membranas adecuadas son:

- 25 - Destilación por Contacto Directo con Membranas, en la que ambos lados de la membrana están cargados y en contacto con el líquido. La condensación del vapor que pasa a través de la membrana ocurre directamente dentro de la fase líquida en la superficie límite de la membrana;
- Destilación por Membranas con Espacio de Aire, en la que un espacio de permeado lleno de aire se encuentra entre la membrana y una pared enfriada. El vapor que pasa a través de la membrana también debe superar adicionalmente este espacio de aire antes de condensarse en la superficie más fría;
- 30 - Destilación por Membranas con Vacío, que contiene una configuración de canal de espacio de aire. Una vez que ha pasado a través de la membrana, el vapor se aspira del canal de permeado y se condensa fuera del módulo;
- Destilación por Membranas de Configuración Multiefecto en Vacío. El típico módulo de destilación por membranas con configuración multiefecto en vacío consiste en un generador de vapor, etapas de evaporación-condensación, y un condensador. Cada etapa recupera el calor de la condensación, proporcionando un diseño de efectos múltiples. El destilado se produce en cada etapa de evaporación-condensación y en el condensador;
- 35 - Membrana de Gas de Barrido, que usa una configuración de canal con un espacio que contiene un gas inerte en el lado de permeado.

40 En una realización, la unidad de destilación por membranas usada en el procedimiento de la invención es una unidad de destilación por membranas por contacto directo. En otra realización, la unidad de destilación por membranas es una unidad de destilación por membranas con espacio de aire. En todavía otra realización, la unidad de destilación por membranas usa un método mediante el cual se aplica vacío para hacer que la corriente fluya bajo vacío o a presión reducida tal como una unidad de destilación por membranas a vacío, o, preferiblemente, una unidad de destilación por membranas de configuración multiefecto en vacío.

Los ejemplos destacados de unidades adecuadas de destilación por membranas se obtienen comercialmente disponibles de Memsys, Aquastill, Aquaver, Solar Spring.

45 Las membranas típicamente usadas en la unidad de destilación por membranas son membranas poliméricas hidrófobas. Las membranas adecuadas pueden estar hechas, por ejemplo, de material polimérico tal como politetrafluoroetileno, polifluoruro de vinilideno, copolímeros de etileno/clorotrifluoroetileno, polipropileno, polietileno.

El procedimiento de destilación por membranas puede diseñarse para aumentar la concentración de Na_2SO_4 en la corriente de agua hasta la concentración de saturación.

- 5 La concentración C_i de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_i puede ser la concentración de una disolución saturada a la temperatura de la corriente de agua a la salida de la unidad de destilación por membranas. La concentración C_i de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_i también puede ser menor que la concentración de una disolución saturada a la temperatura de la corriente de agua a la salida de la unidad de destilación por membranas, pero en cualquier caso mayor que C_0 .
- En general, Na_2SO_4 puede estar presente en la corriente de agua W_i a una concentración C_i de hasta 20,0% en peso, incluso de hasta 25,0% en peso, preferiblemente de hasta 32,0% en peso. La concentración C_i está típicamente entre 25,0 y 32,0% en peso.
- 10 En el procedimiento de la invención, Na_2SO_4 puede recuperarse en forma de una disolución con concentración C_i de Na_2SO_4 .
- Alternativamente, el Na_2SO_4 puede recuperarse como un sólido. En esta alternativa, el procedimiento de la invención puede comprender una etapa adicional de concentrar adicionalmente la corriente de agua W_i , por ejemplo, por evaporación, antes de recuperar Na_2SO_4 sólido, por ejemplo, por medio de una etapa de cristalización.
- 15 El procedimiento de la invención permite recuperar Na_2SO_4 con un alto grado de pureza, típicamente un grado de pureza de más de 99,0%, incluso de 99,5%.
- Además de las etapas detalladas anteriormente, el procedimiento de la invención puede comprender etapas adicionales.
- Antes de ser sometida al procedimiento de recuperación de Na_2SO_4 de la invención, la corriente de agua W_0 puede ser sometida a tratamientos preliminares.
- 20 Aunque se ha observado que la sílice suspendida y/o disuelta contenida en la corriente de agua W_0 no interfiere con la etapa de destilación por membranas del procedimiento, puede usarse el tratamiento físico-químico como una etapa de pretratamiento para la eliminación de sílice y/u otros iones, con la adición de ciertos reactivos (coagulantes) que actúan para desestabilizar los sólidos presentes en la corriente de agua W_0 . Los ejemplos de coagulantes adecuados incluyen, pero no se limitan a, cloruro férrico, óxido de aluminio, cloruro de aluminio, sulfato de aluminio, policloruro de
- 25 aluminio, sulfato ferroso o férrico, óxido de calcio, y mezclas de los mismos. Se ha encontrado que la adición de sales de aluminio a un pH ligeramente alcalino, es decir, a un pH mayor que 8, preferiblemente entre 8 y 11, es eficaz para reducir la cantidad de sílice y/u otros iones presentes en la corriente de agua W_0 sin causar la pérdida de Na_2SO_4 .
- Después de que la corriente de agua W_0 pasa a través de la unidad de tratamiento físico-químico, los precipitados se pueden eliminar posteriormente de la corriente de agua por medios conocidos en la técnica, por ejemplo, en una
- 30 unidad de separación de sólidos, antes del tratamiento adicional dependiendo de la aplicación.
- En una realización del procedimiento, la concentración de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_0 puede aumentarse antes del tratamiento en la unidad de destilación por membranas.
- En tal realización, la concentración C_i de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_i en la entrada de la unidad de destilación por membranas será mayor que la concentración C_0 . El valor de la concentración C_i puede ser hasta 12,0% en peso, incluso hasta 13,0% en peso, o incluso hasta 15,0% en peso.
- 35 En un aspecto de esta realización, se puede emplear una unidad de nanofiltración para concentrar la corriente de agua W_0 . Se puede usar cualquier tipo conocido de equipo de nanofiltración para aumentar la concentración de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_0 , típicamente pueden emplearse membranas de nanofiltración poliméricas. Las membranas de nanofiltración poliméricas conocidas pueden estar compuestas de polietersulfona (PES), poliácilonitrilo (PAN) o polifluoruro de vinilideno (PVDF), con un diámetro de poros típico de 1 a 10 nm.
- 40 En otro aspecto de esta realización del procedimiento, la ósmosis inversa se usa para aumentar la concentración de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_0 . La ósmosis es la difusión molecular del disolvente a través de una membrana semipermeable, que rechaza el soluto. La ósmosis es impulsada por un gradiente de potencial químico. Este gradiente es causado por diferencias en la concentración de componentes, presión y/o temperatura a través de la membrana.
- 45 La especie permeable a la membrana (disolvente) se difunde desde la región de mayor actividad a una región de menor actividad. La ósmosis inversa usa presión hidráulica para superar la presión osmótica, y de este modo invierte el flujo del disolvente (agua) desde la disolución que contiene el soluto hacia el otro lado de la membrana, que está a una concentración más baja. Se puede usar cualquier tipo conocido de equipo de ósmosis inversa. El uso se hace generalmente de membranas semipermeables, típicamente hechas de poliamidas.
- 50 Las etapas de tratamiento físico-químico y de concentración, por ejemplo, por filtración, pueden llevarse a cabo independientemente una de otra.

En una realización ventajosa del procedimiento, se lleva a cabo una etapa de tratamiento físico-químico antes de someter la corriente de agua W_0 a una etapa de concentración.

La nanofiltración y/o la ósmosis inversa generalmente se prefieren como método de concentración de la corriente de agua W_0 . En particular, se ha encontrado que el uso de ósmosis inversa es particularmente ventajoso.

- 5 La etapa de pretratamiento opcional tiene el efecto de reducir la cantidad de sílice suspendida y/o disuelta, así como los iones de Ca y/o Mg que pueden estar contenidos en la corriente de agua W_0 .

En esta realización, el procedimiento comprende así las etapas de:

- proporcionar una corriente de agua W_0 que comprende Na_2SO_4 y al menos uno de sílice suspendida, sílice disuelta, iones de Ca e iones de Mg;
- 10 - tratar dicha corriente de agua W_0 para reducir la cantidad de al menos uno de sílice suspendida, sílice disuelta, iones de Ca e iones de Mg contenidos en dicha corriente de agua W_0 ;
- proporcionar un flujo de gas caliente descargado desde un aparato de secado;
- proporcionar calor a la corriente de agua W_0 en un intercambiador de calor mediante el flujo de gas caliente, para obtener una corriente de agua W_i a una temperatura T_i ;
- 15 - proporcionar una unidad de destilación por membranas que comprende al menos una membrana que crea un lado de alimentación y un lado de permeado dentro de la unidad de destilación por membranas;
- alimentar la corriente de agua W_i , que comprende Na_2SO_4 a una concentración C_i , al lado de alimentación de la unidad de destilación por membranas a una temperatura T_i mayor que la temperatura T_p en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas, para obtener una corriente de agua W_f que contiene Na_2SO_4 a una
- 20 concentración $C_f > C_i$; y
- opcionalmente separar Na_2SO_4 sólido de la corriente de agua W_f .

El procedimiento puede comprender la etapa adicional de aumentar la concentración de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_f antes de separar Na_2SO_4 .

- 25 El procedimiento de la invención también puede comprender una etapa en la que una porción de la corriente de agua W_f , en lo sucesivo denominada " W_{f1} ", se separa de la corriente de agua W_f y se combina con la corriente de agua W_0 para mejorar la eficiencia del procedimiento de destilación por membranas. En tal realización, el procedimiento comprende las etapas de:

- proporcionar una corriente de agua W_0 que comprende Na_2SO_4 ;
- proporcionar un flujo de gas caliente descargado desde un aparato de secado;
- 30 - proporcionar calor a la corriente de agua W_0 en un intercambiador de calor mediante el flujo de gas caliente, para obtener una corriente de agua W_i a una temperatura T_i ;
- proporcionar una unidad de destilación por membranas que comprende al menos una membrana que crea un lado de alimentación y un lado de permeado dentro de la unidad de destilación por membranas;
- 35 - alimentar la corriente de agua W_i , que comprende Na_2SO_4 a una concentración C_i , al lado de alimentación de la unidad de destilación por membranas a una temperatura T_i mayor que la temperatura T_p en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas, para obtener una corriente de agua W_f que contiene Na_2SO_4 a una concentración $C_f > C_i$;
- separar la corriente de agua W_f en una primera corriente de agua W_{f1} y una segunda corriente de agua W_{f2} ;
- unir la corriente de agua W_{f1} con la corriente de agua W_0 ; y
- 40 - opcionalmente separar Na_2SO_4 sólido de la corriente de agua W_{f2} .

La corriente de agua W_{f1} se combina con la corriente de agua W_0 antes del intercambiador de calor.

La corriente de agua W_{f1} puede tener el mismo volumen, un volumen mayor o un volumen menor que la corriente de agua W_{f2} . Generalmente, la corriente de agua W_{f1} tiene un volumen mayor que W_{f2} .

En algunas realizaciones, preferidas, del procedimiento, la corriente de agua W_{f1} , después del enfriamiento opcional, puede usarse como una corriente fría en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas.

Cuando la corriente de agua W_{f1} se combina con la corriente de agua W_0 , la corriente de agua combinada $W_0 + W_{f1}$ se alimenta al intercambiador de calor para proporcionar una corriente de agua W_i a temperatura T_i .

5 Un segundo objeto de la presente invención es un procedimiento para la fabricación de sílice precipitada, que comprende una etapa para recuperar Na_2SO_4 de una corriente de agua.

En particular, el procedimiento para la preparación de sílice precipitada comprende las etapas de:

- obtener sílice precipitada en un medio de reacción acuoso;
- 10 - generar una corriente de agua que comprende Na_2SO_4 por separación y opcionalmente lavar sílice precipitada húmeda del medio de reacción;
- secar sílice precipitada húmeda en un aparato de secado, descargando dicho aparato de secado un flujo de gas caliente;
- 15 - recuperar Na_2SO_4 de la corriente de agua generada en la etapa de separación y opcionalmente lavar sílice precipitada húmeda por medio del procedimiento de recuperación de Na_2SO_4 , que es el primer objeto de la invención.

Todas las definiciones y preferencias proporcionadas anteriormente con respecto al procedimiento de recuperación de Na_2SO_4 se aplican igualmente al procedimiento para la preparación de sílice precipitada.

20 Se ha encontrado que el procedimiento de la invención, que combina el uso del flujo de gas caliente descargado por el secado de sílice precipitada con la operación de una unidad de destilación por membranas, permite una reducción en la energía requerida para la recuperación de Na_2SO_4 de aguas residuales con respecto a los procedimientos de la técnica anterior, tal como la cristalización por evaporación.

25 Un objeto adicional de la invención es un sistema para llevar a cabo el procedimiento según el primer y segundo objeto de la invención. En particular, el objeto de la invención es un sistema que comprende un reactor para la fabricación de sílice precipitada, una unidad para la filtración y lavado opcional de sílice precipitada, un aparato de secado, un intercambiador de calor, y una unidad de destilación por membranas.

30 La Figura 1 ilustra una realización de un sistema para llevar a cabo el procedimiento de recuperación de Na_2SO_4 , que comprende una corriente de agua W_0 , un intercambiador de calor HE, un aparato de secado DR, y una unidad de destilación por membranas MD. Las Figuras 2 y 3 ilustran realizaciones de un sistema para la preparación de sílice precipitada, que comprende un reactor para la precipitación de sílice, una unidad para la separación y lavado opcional de la sílice precipitada húmeda, un aparato de secado DR para el secado de sílice precipitada húmeda, y un sistema para llevar a cabo el procedimiento de recuperación de Na_2SO_4 .

En caso de que la descripción de cualquier patente, solicitud de patente y publicación que se incorpore aquí como referencia entre en conflicto con la descripción de la presente solicitud en la medida en que pueda hacer que un término no esté claro, la presente descripción tendrá prioridad.

35 EJEMPLOS

La invención se muestra por ejemplo en las realizaciones ilustradas. Sin embargo, se reconoce que otras realizaciones de la invención, que tienen una configuración diferente pero que logran el mismo resultado o un resultado similar, están dentro del alcance y el espíritu de la invención reivindicada.

40 La corriente de agua W_0 usada en el ejemplo se obtuvo de un sitio de fabricación de sílice precipitada. Su composición se proporciona en la Tabla 1.

Tabla 1

pH	4-5
Na_2SO_4	4,0-5,5% en peso
Sólidos suspendidos	100-200 mg/l, principalmente SiO_2
SiO_2 soluble	aprox. 100 mg/l
Ca	aprox. 60 mg/l
Mg	aprox. 3-5 mg/l

Unidad de destilación por membranas

La unidad de destilación por membranas usada en los ejemplos comprendía dos módulos de membrana de polipropileno comerciales de Microdyn-Nadir como se describe en la Tabla 2.

Tabla 2

Material	Polipropileno (PP)
Tipo	Fibra hueca
Nº de fibras	40
Diámetro externo de la fibras	1,8 mm
Grosor de la membrana	120 µm
Longitud de la fibras	45 cm
Área superficial	0,1 m ²
Tamaño nominal de poros	0,2 µm
Diámetro de la carcasa	2,1 cm

5

El Ejemplo 3 se llevó a cabo en un sistema que además comprende una unidad de filtración. La corriente de agua W_0 , tal como se recibió, se sometió a una etapa de preconcentración por nanofiltración usando una membrana: Dow NF270-2540 y bajo las siguientes condiciones: presión: 35 bares; temperatura: 10-20°C; caudal de recirculación: 300 l/h.

10 Los resultados se dan en la Tabla 3.

Tabla 3

Tiempo (minutos)	Na ₂ SO ₄ en retentato (% en peso)	Na ₂ SO ₄ en permeado (% en peso)	Caudal del permeado (l/h)
0	5,6	<0,5	30,0
140	10,0	1,7	3,1
380	12,8	3,7	2,3

La corriente de agua W_0 se trató en la unidad de destilación por membranas según tres configuraciones diferentes como se resume en la Tabla 4.

15 Se usaron diferentes condiciones de temperatura de alimentación (que oscilan de 31 a 51°C). Los caudales de recirculación de alimentación y permeado se mantuvieron a 200 l/h y 100 l/h, respectivamente, a lo largo de los experimentos.

20 Cada ciclo en los experimentos corresponde a períodos de operación de 8 horas de la unidad de destilación por membranas. Dependiendo de la concentración inicial de Na₂SO₄ en la corriente de agua W_0 , fueron necesarios tiempos más largos (es decir, más ciclos) para alcanzar una concentración de Na₂SO₄ próxima a la saturación. El pretratamiento con nanofiltración (Ejemplo 3) disminuyó el tiempo necesario para alcanzar la concentración de cristalización de Na₂SO₄.

Después de los ciclos de concentración finales, se realizó la cristalización en el módulo de membrana, de modo que finalmente se obtuvieron dos corrientes: (i) una corriente de agua de alta calidad y (ii) Na₂SO₄ sólido.

25 El Na₂SO₄ sólido estaba en la forma de thenardita. Se encontraron cantidades muy pequeñas de impurezas, principalmente silicio, en la red cristalina (0,22, 0,14 y 0,06% en peso de la disolución nº 1, 2 y 3, respectivamente).

Tabla 4: Condiciones de destilación por membranas

	Alimentación			Destilado			Concentrado			
	Na ₂ SO ₄ (g/l)	Temperatura (°C)	Caudal de circulación (l/h)	Temperatura (°C)	Caudal de circulación (l/h)	Caudal de permeado (l/h/m ²)	Na ₂ SO ₄ (g/l)	Factor de concentración		
Ejemplo 1	ciclo 1	31	200	20	100	0,5	69	1,38		
		38		27		0,8-0,9				
		51		36		1,6-1,8				
		31		20		0,6				
	ciclo 2	38		24		0,9				
		50		34		1,7-1,8				
		ciclo 3		38		26			0,8-0,9	
				ciclo 4		37			22	0,7-0,8
Ejemplo 2	ciclo 1		31		200	19	100	0,6	69	1,38
			38			23		0,8-1,0		
		51	33			1,6-1,7				
		31	17	0,55						
	ciclo 2	38	24	0,8						
		50	33	1,6-1,7						
		ciclo 3	37	22		0,8-0,9				
			ciclo 4	185		36		0,6-0,7		
Ejemplo 3	ciclo 1			132	278	48	319	1,2-1,3	278	2,11
				ciclo 2		37		0,3-0,4		
		ciclo 3				37		31		
			ciclo 4			37		31		

Ejemplo 4

5 El diagrama de la Figura 4 ilustra un posible esquema de integración térmica de una etapa de destilación por membranas en un procedimiento para el tratamiento de una corriente acuosa industrial que contiene sulfato de sodio obtenido de una unidad de fabricación de sílice precipitada. La concentración de Na_2SO_4 en la corriente de aguas residuales inicial es 5,9% en peso. Esta corriente se concentra primero por ósmosis inversa hasta 15% en peso en Na_2SO_4 . La temperatura a la salida de la ósmosis inversa de la corriente de agua que contiene Na_2SO_4 es 48°C. Esta disolución se concentra hasta 28% en peso en Na_2SO_4 usando una unidad de destilación por membranas con espacio de aire.

10 El calor requerido para garantizar la evaporación se recupera condensando el vapor de agua del escape del secador de la producción de sílice, que debe enfriarse de 106°C a 70°C.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la recuperación de Na_2SO_4 de una corriente de agua, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de:
 - proporcionar una corriente de agua W_0 que comprende Na_2SO_4 ;
- 5
 - proporcionar un flujo de gas caliente descargado desde un aparato de secado;
 - proporcionar calor a la corriente de agua W_0 en un intercambiador de calor mediante el flujo de gas caliente, para obtener una corriente de agua W_i a una temperatura T_i ;
 - proporcionar una unidad de destilación por membranas que comprende al menos una membrana que crea un lado de alimentación y un lado de permeado dentro de la unidad de destilación por membranas;
- 10
 - alimentar la corriente de agua W_i , que comprende Na_2SO_4 a una concentración C_i , al lado de alimentación de la unidad de destilación por membranas a una temperatura T_i mayor que la temperatura T_p en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas, para obtener una corriente de agua W_f que contiene Na_2SO_4 a una concentración $C_f > C_i$; y
 - opcionalmente separar Na_2SO_4 sólido de la corriente de agua W_f .
- 15 2. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende las etapas de:
 - hacer reaccionar silicato de sodio y ácido sulfúrico en un medio líquido acuoso para obtener una suspensión de sílice precipitada;
 - separar del medio líquido acuoso y opcionalmente lavar la sílice precipitada para proporcionar sílice precipitada húmeda y una corriente de agua W_0 que contiene Na_2SO_4 ;
- 20
 - secar la sílice precipitada húmeda en un aparato de secado, descargando dicho aparato un flujo de gas caliente;
 - proporcionar calor a la corriente de agua W_0 en un intercambiador de calor mediante el flujo de gas caliente, para obtener una corriente de agua W_i a una temperatura T_i ;
 - proporcionar una unidad de destilación por membranas que comprende al menos una membrana que crea un lado de alimentación y un lado de permeado dentro de la unidad de destilación por membranas;
- 25
 - alimentar la corriente de agua W_i , que comprende Na_2SO_4 a una concentración C_i , al lado de alimentación de la unidad de destilación por membranas a una temperatura T_i mayor que la temperatura T_p en el lado de permeado de la unidad de destilación por membranas, para obtener una corriente de agua W_f que contiene Na_2SO_4 a una concentración $C_f > C_i$; y
 - opcionalmente separar Na_2SO_4 sólido de la corriente de agua W_f .
- 30 3. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que la cantidad de calor proporcionada a la corriente de agua W_i en el intercambiador de calor es tal que el diferencial de temperatura $T_i - T_p$ en la unidad de destilación por membranas es de al menos 5°C , preferiblemente de al menos 10°C .
4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además las etapas de:
 - proporcionar una corriente de agua W_0 que comprende Na_2SO_4 y al menos uno de sílice suspendida, sílice disuelta, iones de Ca e iones de Mg; y
- 35
 - tratar dicha corriente de agua W_0 para reducir la cantidad de al menos uno de sílice suspendida, sílice disuelta, iones de Ca e iones de Mg contenidos en dicha corriente de agua W_0 antes de la etapa de proporcionar calor a la corriente de agua W_0 en un intercambiador de calor.
- 40 5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además la etapa de: aumentar la concentración de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_0 mediante nanofiltración u ósmosis inversa antes de la etapa de proporcionar calor a la corriente de agua W_0 en un intercambiador de calor.
6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además las etapas de:
 - separar la corriente de agua W_f en una primera corriente de agua W_{f1} y una segunda corriente de agua W_{f2} ;
 - unir dicha corriente de agua W_{f1} con la corriente de agua W_0 ; y

- opcionalmente separar Na_2SO_4 sólido de la corriente de agua W_{12} .
- 7. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que Na_2SO_4 se recupera como un sólido.
- 8. El procedimiento de la reivindicación 7, que comprende además la etapa de aumentar la concentración de Na_2SO_4 en la corriente de agua W_f o W_{12} antes de separar Na_2SO_4 sólido de dicha corriente de agua.
- 5 9. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la unidad de destilación por membranas se selecciona del grupo que consiste en una unidad de destilación por contacto directo con membranas, una unidad de destilación por membranas con espacio de aire, una unidad de destilación por membranas con vacío, y una unidad de destilación por membranas de configuración multiefecto en vacío.
- 10 10. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aparato de secado es un secador por pulverización.
- 11. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la concentración C_i está comprendida entre 2,0% en peso y 15,0% en peso.
- 12. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la concentración C_f es de al menos 25,0% en peso y de como máximo 32,0% en peso.
- 15 13. Un procedimiento para la preparación de sílice precipitada, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de:
 - obtener sílice precipitada en un medio de reacción acuoso;
 - generar una corriente de agua W_0 que comprende Na_2SO_4 por separación de sílice precipitada húmeda del medio de reacción y opcionalmente lavado;
 - secar sílice precipitada húmeda en un aparato de secado que descarga un flujo de gas caliente;
 - 20 - recuperar Na_2SO_4 de la corriente de agua W_0 por medio del procedimiento de recuperación de Na_2SO_4 como se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 14. El procedimiento de la reivindicación 13, en el que la sílice precipitada se obtiene por reacción de una disolución de silicato alcalino con un ácido, preferiblemente por reacción de silicato de sodio con ácido sulfúrico.

Figura 1

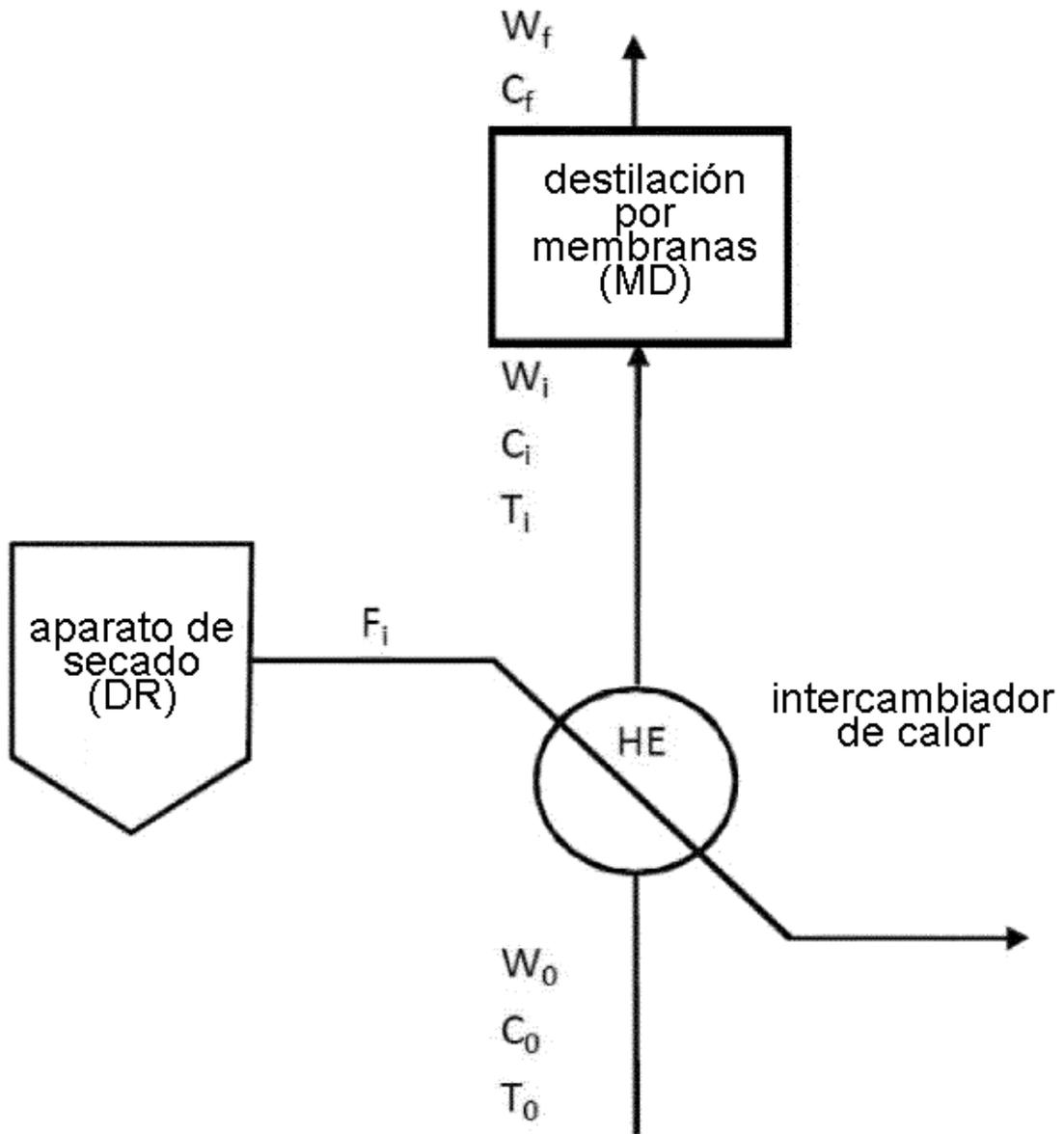


Figura 2

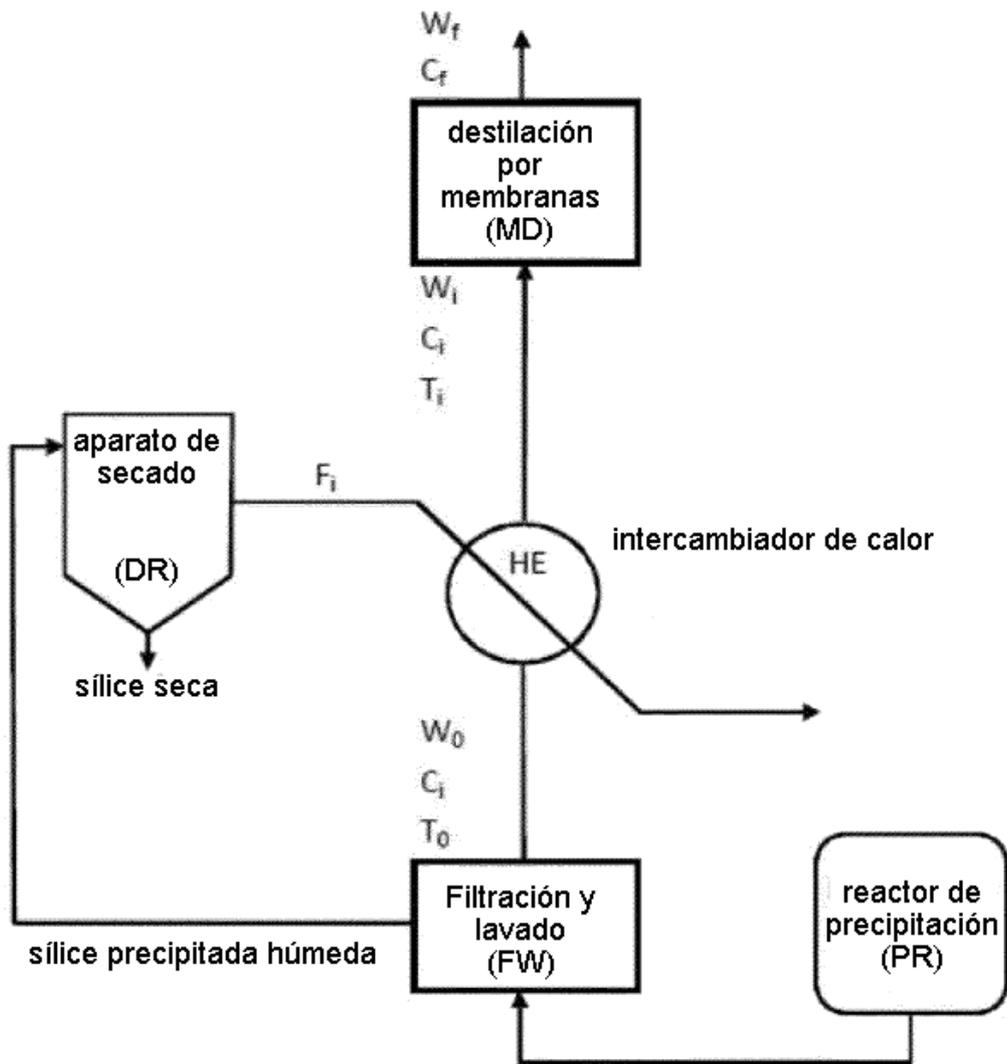


Figura 3

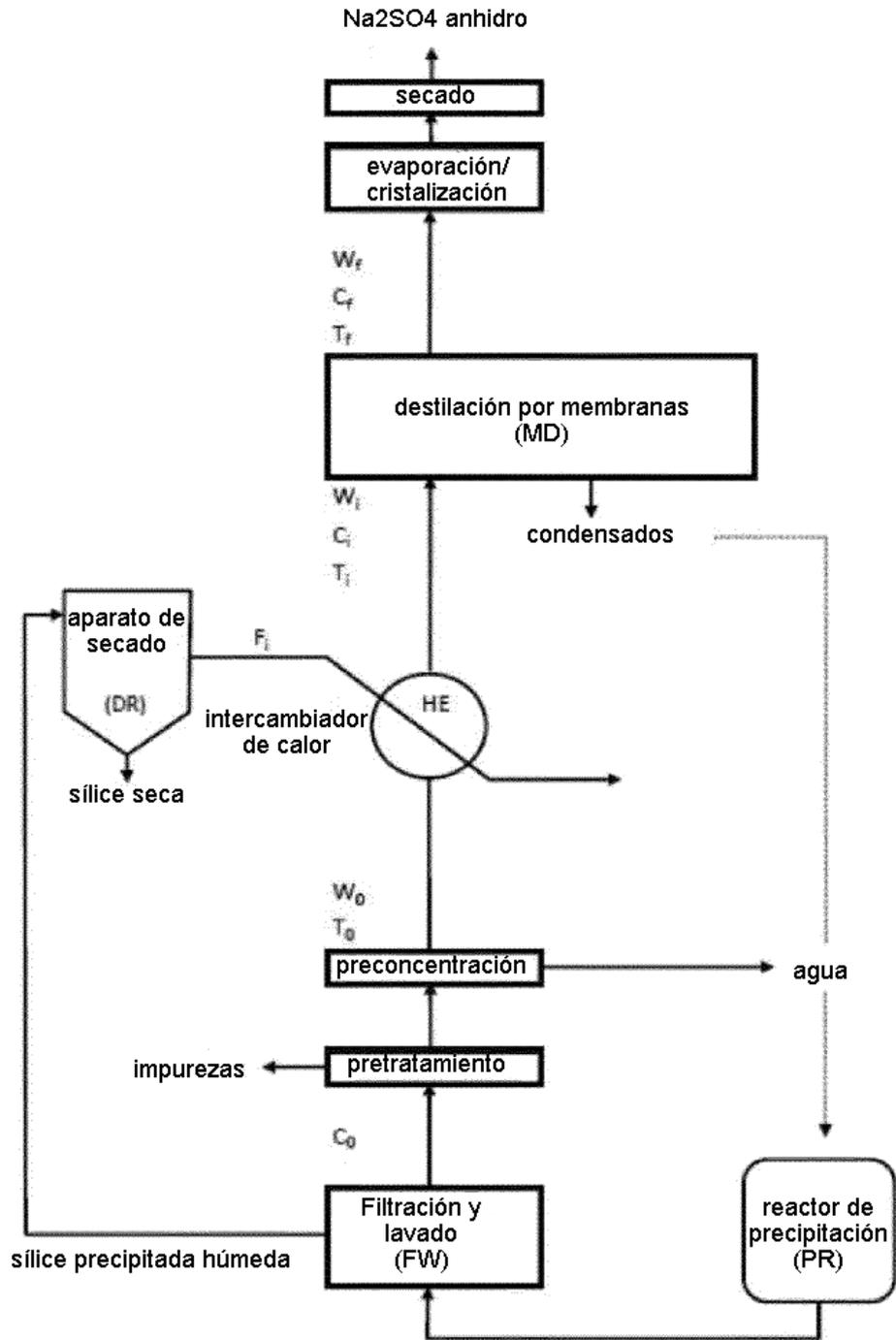


Figura 4

