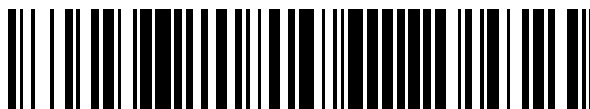


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 817 887**

51 Int. Cl.:

C01B 7/07

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.10.2013 PCT/EP2013/071611**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.04.2014 WO14060467**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.10.2013 E 13779555 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.06.2020 EP 2909132**

54 Título: **Procedimiento para concentrar soluciones acuosas de hidrácidos halogenados**

30 Prioridad:

19.10.2012 DE 102012219153

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

08.04.2021

73 Titular/es:

**SGL CARBON SE (100.0%)
Söhnleinstrasse 8
65201 Wiesbaden, DE**

72 Inventor/es:

**PÖLLMANN, PETER;
FRANZ, MARCUS;
BOUCAUT, ANDRÉ y
AMBRASSAT, ROLF**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 817 887 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 concentrar soluciones acuosas de hidrácidos halogenados

La presente invención se refiere a un procedimiento para concentrar una solución acuosa de hidrácido halogenado, en particular de ácido clorhídrico, y una instalación para concentrar una solución acuosa de hidrácido halogenado.

El documento DE 35 21 632 A1 describe un procedimiento para el tratamiento de una solución acuosa con contenido en cloruro de hierro y ácido clorhídrico. La patente de EE.UU. Nº 2.542.961 indica un procedimiento, en el que una mezcla de reacción con contenido en cloruro de hidrógeno se pone en contacto en una zona de absorción con un medio de absorción líquido enfriado. El documento EP 0 425 922 A1 se refiere a la purificación y concentración de ácido clorhídrico diluido impurificado. El documento GB 669 671 A se refiere a la preparación de cloruro de hidrógeno gaseoso a partir de su solución acuosa.

Soluciones acuosas de hidrácidos halogenados, tales como, p. ej., ácido clorhídrico, resultan en el caso de una pluralidad de procesos, tales como, p. ej., en procedimientos de producción de la industria química o en la combustión de residuos. En este caso, por norma general se trata de soluciones relativamente diluidas, las cuales no pueden ser aportadas sin más a una recuperación, dado que muchos procesos químicos requieren el empleo de soluciones altamente concentradas de hidrácidos halogenados o incluso de gas de hidrácido halogenado. Además, los costes del transporte para soluciones diluidas de este tipo son relativamente elevados en comparación con sus soluciones concentradas, dado que, referido a la cantidad de sustancia de hidrácido halogenado, deben transportarse grandes volúmenes de solución diluida de hidrácido halogenado. Por lo tanto, existe la necesidad de concentrar soluciones acuosas diluidas de hidrácidos halogenados tal como, por ejemplo, mediante la separación de hidrácido halogenado gaseoso a partir de soluciones acuosas diluidas de hidrácidos halogenados.

Soluciones acuosas concentradas de hidrácidos halogenados pueden obtenerse mediante destilación de soluciones acuosas diluidas de hidrácidos halogenados. Dado que las soluciones acuosas de hidrácidos halogenados y, en particular, ácido clorhídrico, son mezclas azeotrópicas, el contenido máximo de hidrácido halogenado alcanzable mediante simple destilación está limitado, sin embargo, por el azeótropo de la mezcla a base del hidrácido halogenado y agua. En virtud de ello, los dos componentes, hidrácido halogenado y agua, no pueden separarse por completo uno de otro mediante simple destilación a partir de una solución acuosa diluida de hidrácido halogenado, sino que el contenido en hidrácido halogenado puede aumentarse mediante una simple destilación solo hasta la concentración correspondiente al azeótropo. Por ejemplo, ácido clorhídrico diluido puede concentrarse mediante simple destilación a la presión atmosférica únicamente a un contenido máximo de cloruro de hidrógeno de aproximadamente 20 % en peso. Con el fin de generar ácido clorhídrico más concentrado, tal como, por ejemplo, gas cloruro de hidrógeno esencialmente anhidro o gas cloruro de hidrógeno puro, debe emplearse, por lo tanto, otro procedimiento tal como, por ejemplo, una destilación extractiva.

En el caso de la destilación extractiva, a la solución acuosa diluida de partida de hidrácido halogenado, tal como, p. ej., un ácido clorhídrico diluido, se le añade un agente de extracción adecuado, el cual aumenta selectivamente la volatilidad de uno de los componentes de la solución acuosa de partida de hidrácido halogenado, es decir, con otras palabras, modifica el factor de separación. Además, el agente de extracción no forma preferiblemente un azeótropo con ninguno de los componentes a separar y presenta una presión de vapor más baja que los componentes a separar. De este modo se consigue que el agente de extracción precipite en el fondo de la columna y no impurifique el hidrácido halogenado que resulta en la cabeza. Con ello, mediante la adición de un agente de extracción se puede alcanzar la concentración de soluciones acuosas de hidrácidos halogenados hasta una desorción de gas de hidrácido halogenado.

Como agentes de extracción para la destilación extractiva de soluciones acuosas de hidrácidos halogenados se emplean habitualmente compuestos higroscópicos, tales como, en particular, ácido sulfúrico, o sales, tales como cloruros de metales alcalinos, cloruros de metales alcalinotérreos o similares.

En el caso de la realización técnica, la destilación extractiva se lleva a cabo habitualmente como rectificación extractiva, es decir, en una columna de destilación la solución diluida de hidrácido halogenado con contenido en agente de extracción es conducida de arriba hacia abajo, es decir, en contracorriente, al vapor que asciende desde abajo, el cual se genera mediante evaporación en el fondo de la columna de destilación. En este caso, la solución acuosa con contenido en agente de extracción absorbe agua de la fase de vapor en virtud de las propiedades higroscópicas del agente de extracción, mientras que al mismo tiempo gas de hidrácido halogenado es expulsado de la solución acuosa a la fase de vapor y, de esta forma, se concentra la fase de vapor en relación con el hidrácido halogenado. Por este motivo, en el tramo superior o bien en la cabeza de la columna de destilación, en función de la realización del procedimiento, se obtiene un vapor de hidrácido halogenado (es decir, una mezcla a base de gas de hidrácido halogenado y agua) o gas de hidrácido halogenado puro, el cual es retirado de la cabeza de la columna de destilación y luego, en el caso de un vapor de hidrácido halogenado, es condensado habitualmente para formar una solución acuosa concentrada de hidrácido halogenado, que presenta una concentración superior a la solución acuosa diluida de partida de hidrácidos halogenados empleada o, en el caso de un gas de hidrácido halogenado que ya solo contiene pequeñas cantidades de agua, es secado habitualmente mediante una o varias etapas de condensación.

Por el contrario, disminuye la concentración del agente de extracción en la solución de fluye desde arriba hacia abajo y que contiene el agente de extracción en virtud de la absorción de agua de la fase de vapor conducida en contracorriente, de modo que la solución retirada en el tramo inferior o bien en el fondo de la columna de destilación presenta una concentración de agente de extracción más baja que la solución con contenido en agente de extracción empleada en el extremo superior de la columna de destilación. Con el fin de poder utilizar de nuevo o bien conducir en circuito la solución con contenido en agente de extracción, ésta debe ser concentrada en relación con el agente de extracción después de la retirada del fondo de la columna de destilación. En la práctica, esto sucede habitualmente de modo que la solución diluida retirada del fondo de la columna de destilación es concentrada mediante evaporación de agua en un dispositivo de evaporación dispuesto a continuación de la columna de destilación, antes de que la solución con contenido en agente de extracción concentrada de este modo sea devuelta al dispositivo de destilación.

En este caso, la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se lleva a cabo habitualmente, por motivos energéticos, en varias etapas, es decir, en una o varias etapas de evaporación dispuestas una tras otra. En virtud del aumento del punto de ebullición de la solución que se manifiesta en el agente de extracción contenido en la solución a concentrar, la evaporación de la solución se lleva a cabo típicamente a la presión atmosférica o a una presión sub-atmosférica, con el fin de mantener lo más bajo posible el punto de ebullición presente en el caso de la presión presente y, de esta forma, mantener lo más bajo posible el nivel de energía requerido para la evaporación del agua. Dado que la concentración del agente de extracción en el dispositivo de evaporación multietapa aumenta de una etapa a otra y, con ello, el punto de ebullición de la solución en el caso de una presión predeterminada aumenta de una etapa a otra, por los motivos precedentemente mencionados se reduce habitualmente la presión de cada una de las etapas de evaporación a la etapa de evaporación en cada caso siguiente, es decir, cada una de las etapas de evaporación se lleva a cabo a una presión más baja que la etapa de evaporación en cada caso precedente. Con ello, el vapor desprendido de una etapa precedente puede ser aprovechado energéticamente para el calentamiento de la siguiente etapa, la cual se hace funcionar a una presión más baja. Un inconveniente de una realización multietapa del procedimiento de este tipo estriba, sin embargo, en que el dispositivo de evaporación, en virtud de varias etapas de evaporación, es muy complejo desde el punto de vista técnico, lo cual no solo condiciona – entre otros, también mediante el revestimiento necesario de las distintas etapas de evaporación con costosos materiales de revestimiento, con el fin de que el dispositivo de evaporación resista ataques corrosivos de las soluciones a elaborar – elevados costes de inversión para el dispositivo de evaporación, sino también, en particular, conlleva también elevados costes de funcionamiento y mantenimiento y, además, condiciona medidas técnicamente complejas para la generación y el mantenimiento de una depresión o bien vacío. Además de ello, en el caso de un dispositivo de evaporación multietapa de este tipo se requieren dispositivos complejos para una regulación y un control fiables de las condiciones de funcionamiento, tales como, en particular, la presión y la temperatura de las distintas etapas de evaporación. Todo en conjunto, un dispositivo de evaporación de este tipo presenta, por lo tanto, una elevada complejidad técnica y, por consiguiente, también una elevada propensión potencial a fallos y su funcionamiento está ligado a elevados costes de funcionamiento. Por consiguiente, existe la necesidad de reducir la complejidad del dispositivo de evaporación necesario para la concentración de la solución con contenido en agente de extracción.

Otro inconveniente de un dispositivo de evaporación multietapa estriba, en el caso de utilizar sal como agente de extracción, en que, en particular en las últimas etapas de evaporación, existe el riesgo de una cristalización indeseada del agente de extracción. Como se ha expuesto precedentemente, habitualmente la presión de cada una de las etapas de evaporación se reduce en la etapa de evaporación en cada caso subsiguiente, a saber, típicamente de modo que la temperatura de ebullición de la solución en el caso de la presión que reina respectivamente disminuye de una etapa de evaporación a otra. Por este motivo, particularmente en las últimas etapas de evaporación existe el riesgo de una cristalización indeseada de agente de extracción, que puede conducir a un bloqueo del dispositivo de evaporación y de dispositivos técnicos del procedimiento conectados a continuación de éste y, por consiguiente, puede conducir a un fallo completo de la instalación. Además, el agente de extracción cristalizado debe eliminarse de manera compleja, lo cual requiere un elevado esfuerzo técnico y de personal, así como tiempos de parada de la instalación.

Por lo tanto, la presente invención tiene por misión proporcionar un procedimiento para la concentración de una solución acuosa de partida de hidrógeno halogenado sobre la base de una destilación extractiva, que sea energéticamente eficiente y que, al mismo tiempo, pueda llevarse a cabo en una instalación relativamente sencilla y económica en cuanto a los aparatos, y en el que también en el caso del empleo de sal como agente de extracción se evite de manera fiable una cristalización del agente de extracción.

De acuerdo con la invención, este problema se resuelve mediante un procedimiento para la concentración de una solución acuosa de partida de hidrógeno halogenado, en particular de ácido clorhídrico, que comprende las siguientes etapas:

- destilar de forma extractiva la solución acuosa de partida de hidrógeno halogenado en presencia de un agente de extracción en un dispositivo de destilación,
- retirar vapor de hidrógeno halogenado y/o gas de hidrógeno halogenado del tramo superior del dispositivo de destilación,

- retirar una solución con contenido en agente de extracción del tramo inferior del dispositivo de destilación,
- concentrar en un dispositivo de evaporación la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación y
- reciclar la solución con contenido en agente de extracción, concentrada en el dispositivo de evaporación, al dispositivo de destilación,

en donde la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación es concentrada mediante evaporación en el dispositivo de evaporación a una presión que se encuentra por encima de la presión atmosférica, y por que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se lleva a cabo a una presión superior que la destilación extractiva en el dispositivo de destilación.

Esta solución se basa en el reconocimiento de que un procedimiento para concentrar una solución acuosa de hidrácido halogenado mediante destilación extractiva de la solución acuosa de partida de hidrácido halogenado en presencia de un agente de extracción en un dispositivo de destilación no solo es energéticamente eficiente, sino, en particular, también puede llevarse a cabo en una instalación muy sencilla y económica en cuanto a los aparatos, a saber en una instalación con una etapa de evaporación configurada de forma monoetapa para la concentración de la solución con contenido en agente de extracción conducida en circuito, cuando la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación es concentrada en un dispositivo de evaporación, el cual es hecho funcionar a una presión que se encuentra por encima de la presión atmosférica. En virtud de la posibilidad de la realización de un procedimiento de este tipo con un dispositivo de evaporación monoetapa para la concentración de la solución con contenido en agente de extracción, la instalación necesaria para hacer funcionar el procedimiento de acuerdo con la invención es más sencilla en cuanto a los aparatos y, en virtud de ello, considerablemente más económica que las instalaciones conocidas del estado de la técnica, las cuales abarcan varias etapas de evaporación conectadas una tras otra, cuyas piezas componentes se han de dotar de costosos materiales de revestimiento en cada caso para la protección frente a un ataque corrosivo de la solución a concentrar. Además, en virtud de lo cual, también los costos de funcionamiento y de mantenimiento de la instalación necesaria para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención son significativamente más bajos en comparación con los procedimientos conocidos del estado de la técnica. Además, el procedimiento de acuerdo con la invención requiere para su realización, por estos motivos, también un control o bien una regulación más sencillo y menos complejo que los procedimientos conocidos del estado de la técnica. En particular, para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención no son necesarios dispositivos para generar, mantener, así como regular y controlar una depresión o bien un vacío en el dispositivo de evaporación para la concentración de la solución con contenido en agente de extracción.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención estriba en que en el caso de éste se impide de manera fiable una cristalización del agente de extracción, también en el caso de empleo de sal como agente de extracción, en el caso de la concentración de la solución en el dispositivo de evaporación. Esto, debido a que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación tiene lugar a una presión que se encuentra por encima de la presión atmosférica, de manera que, por consiguiente, la concentración máxima del agente de extracción se alcanza – en virtud de la presión elevada en comparación con los procedimientos conocidos del estado de la técnica y llevados a cabo a una presión baja – a una temperatura de evaporación relativamente elevada, debido a lo cual se impide o al menos se reduce considerablemente el riesgo de cristalización, dado que la solubilidad de las sales arriba mencionadas en solución acuosa o ácida acuosa aumenta asimismo con la temperatura creciente. Por consiguiente, en virtud de la solubilidad relativamente elevada de las sales a la temperatura de evaporación elevada, la solución con contenido en agente de extracción puede concentrarse sin un riesgo de cristalización hasta elevados contenidos en sales.

Otra ventaja esencial del procedimiento de acuerdo con la invención estriba en que en el caso de la concentración de la solución con contenido en agente de extracción conducida en circuito en el dispositivo de evaporación, en virtud de la elevada presión que reina en la evaporación resultan, junto a la solución con contenido en agente de extracción concentrada, vapor de agua o bien vapor desprendido que presenta una presión correspondientemente elevada y una temperatura correspondientemente elevada y, por consiguiente, un contenido de energía utilizable elevado. En virtud de la presión relativamente elevada y de la temperatura relativamente elevada del vapor desprendido, éste se puede utilizar para proporcionar la energía necesaria para la generación de vapor en la zona inferior del dispositivo de destilación. Esto puede tener lugar, por ejemplo, debido a que una corriente parcial de la solución que resulta en el fondo del dispositivo de destilación se pone en contacto, de forma directa o, de manera particularmente preferida, indirecta, con el vapor desprendido que resulta en el dispositivo de evaporación para la concentración de la solución con contenido en agente de extracción, en donde el vapor desprendido se condensa y, en virtud del calor transmitido con ello, la solución se evapora, la cual es devuelta entonces en forma de vapor a la zona inferior del dispositivo de destilación.

En el caso del procedimiento de acuerdo con la invención para la concentración de una solución de partida acuosa de hidrácido halogenado, pueden emplearse, naturalmente, no solo soluciones de partida consistentes en agua y

ácido, sino, en particular, también soluciones acuosas de hidrácidos halogenados, las cuales pueden estar cargadas adicionalmente con una o varias de otras sustancias disueltas y/o sólidos presentes en suspensión.

De acuerdo con la invención, la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación se concentra mediante evaporación en el dispositivo de evaporación a una presión situada por encima de la presión atmosférica. Con el fin de posibilitar un aprovechamiento particularmente eficiente y óptimo del vapor desprendido que resulta en el dispositivo de evaporación durante la concentración de la solución con contenido en agente de extracción, la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se lleva a cabo a una presión más elevada que la destilación extractiva en el dispositivo de destilación. En este caso, el vapor desprendido que resulta en el dispositivo de evaporación puede utilizarse de manera particularmente eficaz para proporcionar la energía necesaria para la generación de vapor en la zona inferior del dispositivo de destilación.

Buenos resultados tanto en relación con la eficiencia energética del procedimiento de acuerdo con la invención, como en relación con la simplicidad técnica de la instalación necesaria para el funcionamiento del procedimiento de acuerdo con la invención, la evitación fiable de cristalización en el caso de la concentración de la solución con contenido en agente de extracción, incluso en el caso de utilizar sal como agente de extracción, así como la capacidad de recuperación del vapor desprendido que resulta en el dispositivo de evaporación se obtienen particularmente cuando la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se lleva a cabo a una presión absoluta mayor que la presión normal presente en el medio meteorológico que, al nivel del mar, asciende a 0,101325 MPa hasta 1,5 MPa, preferiblemente de 0,15 a 1 MPa, de manera particularmente preferida de 0,2 a 0,5 MPa, de manera muy particularmente preferida de 0,25 a 0,4 MPa y lo más preferiblemente de 0,3 a 0,35 MPa.

Por la presión absoluta en el dispositivo de evaporación se entiende, en el sentido de la presente invención, la presión que reina en el dispositivo de evaporación durante la evaporación, bajo la cual se encuentra la solución con contenido en agente de extracción a concentrar que es igual a la presión de evaporación o bien a la presión del vapor desprendido resultante. En el caso de que esta presión variara en diferentes puntos en el dispositivo de evaporación, es decir, no sea constante por todas partes en el dispositivo de evaporación, se entiende la presión media bajo la cual se encuentra la solución con contenido en agente de extracción a concentrar, que es igual a la presión del vapor desprendido que resulta en el dispositivo de evaporación, en donde en este caso la presión asciende de acuerdo con la invención, en cualquier punto del dispositivo de evaporación en el que se encuentra la solución con contenido en agente de extracción, a más de la presión normal presente en el medio meteorológico que, al nivel del mar, asciende a 0,101325 MPa. En la medida en que el dispositivo de evaporación esté configurado multietapa, lo cual no se prefiere de acuerdo con la presente invención, se entiende por ello la presión media bajo la cual se encuentra la solución con contenido en agente de extracción a concentrar, que es igual a la presión de la mezcla gaseosa que resulta al conducir conjuntamente el vapor desprendido que resulta en las distintas etapas, en donde en este caso la presión asciende, de acuerdo con la invención, en cualquier punto del dispositivo de evaporación en el que se encuentre la solución con contenido en agente de extracción, a más de la presión normal presente en el medio meteorológico que, al nivel del mar, asciende a 0,101325 MPa.

La temperatura que reina durante el funcionamiento del dispositivo de evaporación para la concentración de la solución con contenido en agente de extracción corresponde a la temperatura de ebullición o bien a la temperatura de evaporación de la solución, es decir, aquella temperatura a la que bajo la presión que reina en el dispositivo de evaporación se evapora agua de la solución. Por este motivo, la temperatura durante la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se correlaciona con la presión ajustada en el dispositivo de evaporación y depende del tipo de agente de extracción. En consonancia con los intervalos de presión preferidos precedentemente indicados en el dispositivo de evaporación, la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se lleva a cabo, según ello, preferiblemente a una temperatura de 80 a 300°C, obteniéndose resultados particularmente buenos cuando la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se lleva a cabo a una temperatura de 100 a 260°C, de manera particularmente preferida de 120 a 220°C, de manera muy particularmente preferida de 140 a 200°C y lo más preferiblemente de 160 a 180°C.

Básicamente, la presente invención no se limita en relación con el tipo de dispositivo de evaporación empleado, de modo que para la concentración de la solución con contenido en agente de extracción pueden emplearse todos los dispositivos de evaporación conocidos por el experto en la materia. Se obtienen buenos resultados, particularmente cuando la concentración de la solución con contenido en agente de extracción se lleva a cabo en un dispositivo de evaporación, el cual comprende al menos un evaporador que se elige del grupo compuesto de evaporadores de circulación natural, evaporadores de circulación forzada, evaporadores de caldera, evaporadores de película de caída, y combinaciones arbitrarias de los evaporadores precedentes. Preferiblemente, el dispositivo de evaporación en el que se lleva a cabo la concentración de la solución con contenido en agente de extracción se compone de un evaporador elegido del grupo consistente en vapores de circulación forzada, evaporadores de caldera, evaporadores de película de caída y combinaciones arbitrarias de los evaporadores precedentes. En la medida en que el dispositivo de evaporación comprenda un evaporador de circulación forzada, a éste puede estar conectado a continuación un evaporador instantáneo.

A pesar de que en el marco de la presente invención es básicamente posible que el dispositivo de evaporación para la concentración de la solución con contenido en agente de extracción esté configurado en multietapa, de acuerdo con una forma de realización muy particularmente preferida de la presente invención está previsto que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción se lleve a cabo en un dispositivo de evaporación que esté configurado en monoetapa. Con ello, se alcanzan, en una medida particularmente elevada, los efectos de acuerdo con la invención, a saber, la simplicidad técnica de la instalación requerida para la realización del procedimiento, la eficiencia energética, la evitación fiable de la cristalización de agente de extracción durante la concentración en el dispositivo de evaporación y la posibilidad del aprovechamiento del vapor desprendido que resulta en el dispositivo de evaporación para la producción del vapor necesario para el funcionamiento del dispositivo de destilación. Por dispositivo de evaporación monoetapa se entiende en el sentido de la presente invención que el dispositivo de evaporación comprende únicamente un evaporador.

En una forma de realización de la presente invención alternativa a la anterior, aun cuando menos preferida, el dispositivo de evaporación está configurado en multietapa.

Con el fin de proteger al dispositivo de evaporación frente a un ataque corrosivo de la solución con contenido en agente de extracción, en un perfeccionamiento de la idea de la invención se propone que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción se lleve a cabo en un dispositivo de evaporación, cuya superficie interna se componga, al menos por tramos, de un material o esté revestida con un material que se elige del grupo consistente en grafito, carburo de silicio, materiales compuestos con contenido en fibras de carbono, polímeros fluorados, esmalte, vidrio, aceros encauchetados y combinaciones arbitrarias de dos o más de los materiales precedentes. Con el fin de alcanzar por completo el efecto precedente, se prefiere que todas las superficies internas del dispositivo de evaporación que entran en contacto con la solución con contenido en agente de extracción sean revestidas por completo con uno de los materiales precedentemente mencionados.

Resultados buenos en el caso de esta forma de realización se obtienen particularmente cuando el material del revestimiento se elige del grupo consistente en grafito, carburo de silicio, politetrafluoroetileno y combinaciones arbitrarias de dos o más de los materiales precedentes. En la medida en que se emplee grafito, lo cual se prefiere, se emplea grafito impregnado preferiblemente con resina, tal como, por ejemplo, resina fenólica. Además, también se prefiere politetrafluoroetileno, el cual es económico y puede ser aplicado como revestimiento o como película suelta sobre la o las superficies internas y puede ser empleado hasta aproximadamente 270°C. Por el contrario, el carburo de silicio es relativamente costoso y, por lo tanto, solo se prefiere en el caso de temperaturas relativamente elevadas de, por ejemplo, más de 270°C.

De acuerdo con la invención, una solución con contenido en agente de extracción es conducida en circuito en el caso del procedimiento de acuerdo con la invención entre el dispositivo de destilación y el dispositivo de evaporación. En este caso, la solución de partida acuosa de hidrógeno halogenado a concentrar puede ser aportada por mezcla a la solución con contenido en agente de extracción conducida en circuito antes de su aportación al dispositivo de destilación, y luego esta mezcla puede ser introducida en el dispositivo de destilación y, preferiblemente, en el tramo central o superior del dispositivo de destilación. Alternativamente a ello, es también posible aportar la solución de partida acuosa de hidrógeno halogenado a concentrar al dispositivo de destilación y, preferiblemente, al tramo central o superior del dispositivo de destilación separado de la solución con contenido en agente de extracción conducida en circuito, la cual es introducida asimismo de manera preferida en el tramo central o superior del dispositivo de destilación. La importación en el tramo central o superior del dispositivo de destilación tiene lugar con el fin de conducir el agente de extracción y la solución acuosa con contenido en agente de extracción a concentrar en contracorriente con el vapor de hidrógeno halogenado que asciende desde abajo hacia arriba.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención estriba en que éste no está particularmente limitado en relación con la concentración del agente de extracción de la solución con contenido en agente de extracción a concentrar, delante y detrás del dispositivo de evaporación. Por ejemplo, a partir del tramo inferior del dispositivo de destilación se puede retirar una solución con contenido en agente de extracción con una concentración de agente de extracción en la solución de 30 a 60 % en peso, preferiblemente de 35 a 55 % en peso y de manera particularmente preferida de 40 a 50 % en peso.

Además, se prefiere que la solución con contenido en agente de extracción se concentre en el dispositivo de evaporación hasta una concentración de agente de extracción en la solución de 40 a 80 % en peso, preferiblemente de 50 a 70 % en peso y de manera particularmente preferida de 55 a 65 % en peso. Los valores precedentemente mencionados se refieren a la concentración de agente de extracción en la solución en la salida del dispositivo de evaporación.

Básicamente, la presente invención no está limitada en relación con el agente de extracción empleado, siempre que éste aumente la volatilidad de agua o hidrógeno halogenado en una solución con contenido en agua e hidrógeno halogenado y preferiblemente no forme un azeótropo con ninguna de las sustancias a separar. Además, se prefiere que el agente de extracción presente una presión de vapor más baja que el agua y el hidrógeno halogenado. Buenos resultados se obtienen particularmente cuando el agente de extracción contiene al menos una sustancia o se compone de la misma, la cual se elige del grupo que se compone de ácido sulfúrico, haluros de metales alcalinos,

haluros de metales alcalinotérreos, haluros de aluminio, haluros de amonio y combinaciones arbitrarias de dos o más de los componentes precedentemente mencionados.

De acuerdo con una forma de realización preferida de la presente invención, como agente de extracción se emplea uno que contenga al menos una sustancia o preferiblemente se componga de la misma, la cual se elige del grupo que se compone de ácido sulfúrico, cloruro de litio, cloruro sódico, cloruro de potasio, cloruro de magnesio, cloruro de calcio, cloruro de aluminio, cloruro de amonio, bromuro de litio, bromuro de sodio, bromuro de potasio, bromuro de magnesio, bromuro de calcio, bromuro de aluminio, bromuro de amonio y combinaciones arbitrarias de dos o más de los componentes precedentemente mencionados.

De manera particularmente preferida, el agente de extracción contiene o el agente de extracción se compone de al menos una sustancia que se elige del grupo que se compone de ácido sulfúrico, cloruro de magnesio, cloruro de calcio y combinaciones arbitrarias de dos o más de los componentes precedentemente mencionados.

En una forma de realización a modo de ejemplo de la presente invención, como agente de extracción se emplea ácido sulfúrico, en donde a partir del tramo inferior del dispositivo de destilación se retira una solución con contenido en ácido sulfúrico, con una concentración en ácido sulfúrico en la solución de 45 a 60 % en peso, y preferiblemente de 50 a 55 % en peso, esta solución se concentra en el dispositivo de evaporación hasta una concentración de ácido sulfúrico en la solución de 50 a 75 % en peso y preferiblemente de 55 a 65 % en peso, y esta solución concentrada se recicla al dispositivo de destilación.

En una forma de realización alternativa a la anterior de la presente invención, como agente de extracción se emplea cloruro de magnesio, en donde a partir del tramo inferior del dispositivo de destilación se retira una solución con contenido en cloruro de magnesio con una concentración de cloruro de magnesio en la solución de 25 a 40 % en peso, y preferiblemente de 30 a 35 % en peso, esta solución se concentra en el dispositivo de evaporación hasta una concentración de cloruro de magnesio en la solución de 30 a 50 % en peso y preferiblemente de 35 a 45 % en peso, y esta solución concentrada se recicla al dispositivo de destilación.

En una forma de realización alternativa a la anterior de la presente invención, como agente de extracción se emplea cloruro de calcio, en donde a partir del tramo inferior del dispositivo de destilación se retira una solución con contenido en cloruro de calcio con una concentración de cloruro de calcio en la solución de 35 a 50 % en peso, y preferiblemente de 40 a 45 % en peso, esta solución se concentra en el dispositivo de evaporación hasta una concentración de cloruro de calcio en la solución de 40 a 65 % en peso y preferiblemente de 45 a 55 % en peso, y esta solución concentrada se recicla al dispositivo de destilación.

Preferiblemente, la solución con contenido en agente de extracción concentrada es reciclada después de la salida del dispositivo de evaporación al tramo superior y/o central del dispositivo de destilación.

De acuerdo con otra forma de realización muy particularmente preferida de la presente invención, el vapor desprendido formado mediante evaporación en el dispositivo de evaporación en el caso de la concentración de la solución con contenido en agente de extracción se utiliza para el caldeo del dispositivo de destilación. Esto puede tener lugar, aun cuando sea menos preferido, mediante caldeo directo, a saber, introduciendo, por ejemplo, el vapor desprendido como gas de caldeo en el tramo inferior del dispositivo de destilación o, preferiblemente, mediante caldeo indirecto, a saber, caldeando el vapor desprendido en el producto del fondo intercambiador de calor del dispositivo de destilación.

La variante mencionada en último lugar se lleva a cabo preferiblemente retirando del dispositivo de evaporación el vapor desprendido formado en el dispositivo de evaporación y conduciéndolo a un intercambiador de calor, así como condensándolo en el mismo y aportando al intercambiador de calor asimismo agente de extracción retirado del tramo inferior del dispositivo de destilación, en donde la solución con contenido en agente de extracción aportada al intercambiador de calor se evapora, al menos en parte, mediante el calor de condensación liberado, y este vapor es reciclado al tramo inferior del dispositivo de destilación.

En el caso de la forma de realización precedente, el vapor desprendido después de la salida del dispositivo de evaporación se mantiene hasta el caldeo bajo la presión, la cual presenta el vapor desprendido en el caso de su formación mediante evaporación en el dispositivo de evaporación, es decir, a la presión del vapor desprendido en la salida del dispositivo de evaporación. Con ello, se alcanza un aprovechamiento particularmente elevado de la energía contenida en el vapor desprendido, así como, en particular, una transferencia de calor eficiente en un intercambiador de calor relativamente pequeño. No obstante, alternativamente a ello, también puede estar previsto un estrangulamiento, con el fin de descomprimir el vapor desprendido.

En un perfeccionamiento de la idea de la invención, se propone poner en contacto una corriente parcial o toda la corriente del vapor desprendido condensado en el intercambiador de calor con el vapor desprendido retirado del dispositivo de evaporación antes de su introducción en el intercambiador de calor, con el fin de formar vapor saturado a partir del vapor desprendido retirado del dispositivo de evaporación, antes de su introducción en el intercambiador de calor.

En lugar de o adicionalmente a la recuperación del vapor desprendido, aguas abajo del dispositivo de destilación puede estar previsto un evaporador, el cual es caldeado con vapor de reciente aportación con el fin de generar al menos una parte del vapor necesario para el funcionamiento del dispositivo de destilación.

Básicamente, la presente invención no está particularmente limitada en relación con la presión a la cual se lleva a cabo la destilación extractiva. Tal como se ha expuesto precedentemente, la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se lleva a cabo a una presión mayor que la destilación extractiva en el dispositivo de destilación. Por lo tanto, se prefiere llevar a cabo la destilación extractiva a la presión atmosférica o subatmosférica y, en particular, a una presión absoluta de 0,01 a 0,12 MPa y, preferiblemente, de 0,05 a 0,12 MPa, lo cual es particularmente practicable cuando con el procedimiento se haya de preparar una solución acuosa concentrada de hidrógeno halogenado, en particular una solución acuosa concentrada de ácido clorhídrico. Por el contrario, si se ha de preparar gas de hidrógeno halogenado, en particular gas de cloruro de hidrógeno, se prefiere llevar a cabo la destilación extractiva a una presión superior a la atmosférica y, en particular, a una presión absoluta de 0,10 a 0,30 MPa, y preferiblemente de 0,10 a 0,15 MPa.

Preferiblemente, la destilación extractiva se lleva a cabo de manera que la temperatura en el tramo inferior del dispositivo de destilación, es decir, en el caso de condiciones de funcionamiento estacionarias, ascienda a 50 hasta 200°C y preferiblemente a 90 hasta 140°C.

Además, se prefiere llevar a cabo la destilación extractiva de modo que la temperatura en el tramo superior del dispositivo de destilación, es decir, en el caso de condiciones de funcionamiento estacionarias, ascienda a 30 hasta 190°C y preferiblemente a 70 hasta 130°C.

Como dispositivo de destilación entran en consideración en este caso todos los dispositivos conocidos para este fin por el experto en la materia, tales como, en particular, columnas de destilación, columnas con estructuras internas de destilación y torres de destilación.

En principio, la presente invención no está particularmente limitada en relación con el contenido en hidrógeno halogenado de la solución de partida de hidrógeno halogenado. En particular, pueden emplearse soluciones de partida de hidrógeno halogenado con un contenido en hidrógeno halogenado de 1 a menos de 35 % en peso y preferiblemente de 10 a 15 % en peso.

También en relación con la concentración del contenido en hidrógeno halogenado del vapor de hidrógeno halogenado retirado del tramo superior del dispositivo de destilación y/o del gas de hidrógeno halogenado retirado del tramo superior del dispositivo de destilación, la presente invención no está particularmente limitada, y contenidos preferidos de hidrógeno halogenado ascienden, por ejemplo, al menos a 30 % en peso y preferiblemente de 34 a 38 % en peso en el caso de vapor de hidrógeno halogenado y a más de 97 % en peso, preferiblemente al menos a 98 % en peso, y de manera particularmente preferida al menos a 99 % en peso en el caso de gas de hidrógeno halogenado. Como vapor o bien gas de hidrógeno halogenado entran en consideración en este caso, en particular, vapor de cloruro de hidrógeno, gas de cloruro de hidrógeno, vapor de bromuro de hidrógeno y gas de bromuro de hidrógeno.

En un perfeccionamiento de la idea de la invención se propone deshidratar o bien secar el vapor de hidrógeno halogenado retirado del tramo superior del dispositivo de destilación y/o el gas de hidrógeno halogenado retirado del tramo superior del dispositivo de destilación, lo cual tiene lugar preferiblemente mediante condensación. En este caso, la deshidratación y, en particular, la condensación puede tener lugar en una o varias etapas. Con ello, el contenido en hidrógeno halogenado del producto se aumenta de manera correspondiente, a saber, por ejemplo, a 32 hasta 40 % en peso y preferiblemente a 35 hasta 40 % en peso, tal como, por ejemplo, aproximadamente 36 % en peso en el caso de una solución acuosa concentrada de hidrógeno halogenado o bien a más de 99 % en peso, preferiblemente al menos a 99,5 % en peso y de manera particularmente preferida al menos a 99,9 % en peso en el caso de gas de hidrógeno halogenado, tal como, preferiblemente, gas cloruro de hidrógeno.

Otro objeto de la presente invención es una instalación para la concentración de una solución de partida acuosa de hidrógeno halogenado, en particular de ácido clorhídrico, que comprende:

- un dispositivo de destilación para la destilación extractiva de la solución de partida acuosa de hidrógeno halogenado en presencia de un agente de extracción,
- al menos una tubería de retirada junto al tramo superior del dispositivo de destilación para la retirada de vapor de hidrógeno halogenado concentrado y/o de gas de hidrógeno halogenado del tramo superior del dispositivo de destilación,
- al menos una tubería de retirada junto al tramo inferior del dispositivo de destilación para la retirada de una solución con contenido en agente de extracción del tramo inferior del dispositivo de destilación,
- un dispositivo de evaporación para concentrar la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación y

- una tubería de reciclaje para el reciclaje al dispositivo de destilación de solución concentrada con contenido en agente de extracción, retirada del dispositivo de evaporación,

en donde el dispositivo de evaporación está configurado de modo que la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación se concentra mediante evaporación en el dispositivo de evaporación a una presión situada por encima de la presión atmosférica, y la instalación está configurada de modo que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación se lleva a cabo a una presión superior que la destilación extractiva en el dispositivo de destilación.

De acuerdo con una forma de realización preferida de la presente invención, el dispositivo de evaporación está configurado de modo que la solución con contenido en agente de extracción se concentra mediante evaporación en el mismo a una presión absoluta mayor que la presión normal presente en el medio meteorológico, la cual asciende al nivel del mar a 0,101325 MPa, hasta 1,5 MPa, preferiblemente de 0,15 a 1 MPa, de manera particularmente preferida de 0,2 a 0,5 MPa, de manera muy particularmente preferida de 0,25 a 0,4 MPa y lo más preferiblemente de 0,3 a 0,35 MPa.

En un perfeccionamiento de la idea de la invención, se propone configurar el dispositivo de evaporación de modo que la solución con contenido en agente de extracción se concentre en el dispositivo de evaporación a una temperatura de 80 a 300°C, preferiblemente de 100 a 260°C, de manera particularmente preferida de 120 a 220°C, de manera muy particularmente preferida de 140 a 200°C y lo más preferiblemente de 160 a 180°C.

Además, se prefiere que el dispositivo de evaporación comprenda al menos un evaporador, el cual se elige del grupo consistente en evaporadores de circulación natural, evaporadores de circulación forzada, evaporadores de caldera, evaporadores de película de caída y combinaciones arbitrarias de los evaporadores precedentes.

De acuerdo con una forma de realización particularmente preferida de la presente invención, está previsto que el dispositivo de evaporación esté configurado en monoetapa.

En una forma de realización alternativa a la anterior, aun cuando menos preferida, de la presente invención, el dispositivo de evaporación está configurado en multietapa.

Preferiblemente, la superficie interna del dispositivo de evaporación se compone, al menos por tramos, de un material o la superficie interna del dispositivo de evaporación está revestida, al menos por tramos, con un material, el cual se elige del grupo consistente en grafito, carburo de silicio, materiales compuestos con contenido en fibras de carbono, polímeros fluorados, esmalte, vidrio, aceros encauchetados y combinaciones arbitrarias de dos o más de los materiales precedentes. De manera particularmente preferida, todas las superficies internas del dispositivo de evaporación que entran en contacto con la solución con contenido en agente de extracción están revestidas por completo con un material antes mencionado.

Preferiblemente, la al menos una tubería de reciclaje para el reciclaje de la solución con contenido en agente de extracción conduce desde el dispositivo de evaporación, después de la concentración, al tramo superior y/o central del dispositivo de destilación.

En un perfeccionamiento de la idea de la invención, se propone que la instalación presente al menos una tubería a través de la cual el vapor desprendido formado por evaporación en el dispositivo de evaporación para el caldeo del dispositivo de destilación se pone en contacto directo o indirecto con solución con contenido en agente de extracción procedente del tramo inferior del dispositivo de destilación.

En el caso mencionado en primer lugar puede estar prevista, por ejemplo, una tubería para la introducción del vapor desprendido directamente en el tramo inferior del dispositivo de destilación.

Por el contrario, el caldeo en el caso mencionado en último lugar puede tener lugar, por ejemplo, mediante un intercambiador de calor. En el caso de esta forma de realización, la tubería desemboca preferiblemente en un intercambiador de calor, el cual está configurado de modo que el vapor desprendido se condensa en el mismo, desembocando en el intercambiador de calor, además, una tubería de alimentación, a través de la cual se aporta a éste la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación, estando configurado el intercambiador de calor de modo que la solución con contenido en agente de extracción aportada al intercambiador de calor a través de la tubería de alimentación se evapora mediante el calor de condensación liberado, y presentando el intercambiador de calor una tubería de descarga, a través de la cual el vapor formado en el intercambiador de calor es reciclado al tramo inferior del dispositivo de destilación.

Preferiblemente, el intercambiador de calor presenta una tubería de descarga adicional, y la instalación abarca un intercambiador de calor adicional, en donde la tubería de descarga del intercambiador de calor desemboca en el intercambiador de calor adicional y el intercambiador de calor adicional comprende, además, una tubería de alimentación, a través de la cual se aporta a éste el vapor desprendido retirado del dispositivo de evaporación, con el fin de formar, a partir del vapor desprendido retirado del dispositivo de evaporación, antes de su introducción en el intercambiador de calor, vapor saturado.

En lugar de o adicionalmente a la recuperación del vapor desprendido, aguas abajo del dispositivo de destilación puede estar previsto un evaporador, el cual es caldeado con vapor de reciente aportación, con el fin de generar al menos una parte del vapor necesario para el funcionamiento del dispositivo de destilación.

- 5 Además, se prefiere que la tubería de descarga desemboque en el tramo superior del dispositivo de destilación para retirar vapor de hidrógeno halogenado concentrado y/o gas de hidrógeno halogenado concentrado en un dispositivo de deshidratación y preferiblemente en un dispositivo de condensación.

Como se ha expuesto precedentemente, el dispositivo de destilación puede abarcar, por ejemplo, una columna de destilación, una columna de destilación con estructuras internas o una torre de destilación o componerse de las mismas.

- 10 En lo que sigue se describe la presente invención con ayuda de un ejemplo de realización ilustrativo que describe la presente invención pero no la limita.

La única Figura muestra una representación esquemática de una instalación para la concentración de una solución de partida acuosa de hidrógeno halogenado.

- 15 La instalación 10 representada en la Figura para la concentración de una solución de partida acuosa de hidrógeno halogenado comprende un dispositivo de destilación 12 configurado como columna de rectificación 12, un dispositivo de evaporación 14 y un intercambiador de calor 16 para el caldeo del producto del fondo de la columna de rectificación 12.

- 20 En el tramo superior de la columna de rectificación 12 conduce una tubería de alimentación 18 para solución acuosa de hidrógeno halogenado con contenido en agente de extracción, que previamente ha sido preparada en el dispositivo de mezcla 20 mediante mezcla de una solución acuosa de partida de hidrógeno halogenado aportada al dispositivo de mezcla 20 a través de la tubería de alimentación 18', así como de una solución acuosa con contenido en agente de extracción concentrada, aportada al dispositivo de mezcla 20 a través de la tubería de reciclaje 22 y procedente del dispositivo de evaporación 14.

- 25 Junto al tramo inferior o bien fondo de la columna de rectificación 12 está prevista una tubería de retirada 24 para solución acuosa con contenido en agente de extracción, la cual está provista de una bomba 26 y conduce al dispositivo de evaporación 14. Desde el dispositivo de evaporación 14, la tubería de retorno 22 conduce, por una parte, al dispositivo de mezcla 20. Por otra parte, del dispositivo de evaporación 14 conduce una tubería de alimentación para el vapor desprendido 28 en el intercambiador de calor 16 el cual se condensa allí y se retira en forma de condensado a través de la tubería de evacuación para el vapor desprendido 30 del intercambiador de calor 16 y se prepara en un dispositivo de tratamiento posterior 32 y finalmente se retira de la instalación 10.

- 30 En el intercambiador de calor 16 conduce asimismo una tubería de alimentación 34 para solución con contenido en agente de extracción, la cual desemboca en la tubería de retirada 24 y, por consiguiente, conduce al intercambiador de calor 16 una corriente parcial de la solución acuosa con contenido en agente de extracción retirada del fondo de la columna de rectificación 12. Esta solución se evapora en el intercambiador de calor 16 y se devuelve a través de la tubería de evacuación 36 al tramo inferior de la columna de rectificación 12.

- 40 Junto al tramo superior o bien cabeza de la columna de rectificación 12 está prevista una tubería de retirada 38, a través de la cual es aportado vapor de hidrógeno halogenado y/o gas de hidrógeno halogenado concentrado a un dispositivo de condensación 40, del cual se retira de la instalación 10 la solución de hidrógeno halogenado y/o el gas de hidrógeno halogenado concentrado a través de la tubería de descarga de producto 42. Además, desde el dispositivo de condensación 40, una tubería de reciclaje 44 retorna al tramo superior de la columna de rectificación 12.

- 45 Durante el funcionamiento de la instalación 10 se aporta a la columna de rectificación 12 solución de partida de hidrógeno halogenado con contenido en agente de extracción, que ha sido preparada por mezcla de la solución acuosa de partida de hidrógeno halogenado aportada al dispositivo de mezcla 20 a través de la tubería de alimentación 18', así como la solución acuosa con contenido en agente de extracción concentrada aportada al dispositivo de mezcla 20 a través de la tubería de reciclaje 22 y procedente del dispositivo de evaporación 14, en su tramo superior, y fluye en la columna de rectificación 12 hacia abajo y, con ello, en contracorriente al vapor que asciende desde el tramo inferior de la columna de rectificación 12, el cual es generado en el fondo de la columna de destilación por evaporación. En este caso, la solución acuosa con contenido en agente de extracción absorbe, en virtud de las propiedades higroscópicas del agente de extracción, agua de la fase de vapor, mientras que al mismo tiempo se expulsa gas de hidrógeno halogenado de la solución acuosa a la fase de vapor y, de esta forma, se concentra la fase de vapor en relación con el hidrógeno halogenado. Por este motivo, en el tramo superior o bien junto a la cabeza de la columna de rectificación 12, en función de la realización del procedimiento, se obtiene un vapor de hidrógeno halogenado o gas de hidrógeno halogenado puro, el cual se retira de la cabeza de la columna de rectificación 12, se deshidrata mediante condensación en el dispositivo de condensación 40 o bien se seca y, finalmente, se extrae de la instalación 10.

Del extremo inferior de la columna de rectificación 12 se retira una solución con contenido en agente de extracción a través de la tubería retirada 24, desde la cual se conduce una corriente parcial a través de la tubería de alimentación 34 al intercambiador de calor 16, y la otra corriente parcial se comprime a través de la tubería de retirada 24 y la bomba 26 a, por ejemplo, 0,3 MPa y se aporta al dispositivo de evaporación 14. En el dispositivo de evaporación 14 se concentra la solución con contenido en agente de extracción a una presión absoluta de 0,3 MPa mediante evaporación, en donde la solución con contenido en agente de extracción concentrada es reciclada a través de la tubería de reciclaje 22 al dispositivo de mezcladura 20 y, finalmente, a la columna de rectificación 12.

El vapor desprendido formado en el dispositivo de evaporación 14 es conducido a través de la tubería de alimentación 28 al intercambiador de calor 16 en donde se condensa y del que finalmente es conducido al dispositivo de tratamiento posterior 32 y allí se prepara y desde allí es retirado finalmente de la instalación 10. Mediante el calor liberado en virtud de la condensación del vapor desprendido evapora, al menos en parte, a la solución con contenido en agente de extracción aportada al intercambiador de calor 16 a través de la tubería de alimentación 34 procedente del fondo de la columna de rectificación 12 y es devuelta en forma de vapor a través de la tubería 36 al tramo inferior de la columna de rectificación 12.

15 Lista de símbolos de referencia

10	instalación
12	columna de rectificación/dispositivo de destilación
14	dispositivo de evaporación
16	intercambiador de calor
20	18, 18' tubería de alimentación de líquido
20	dispositivo de mezcladura
22	tubería de reciclaje para solución con contenido en agente de extracción
24	tubería de retirada para solución con contenido en agente de extracción
26	bomba
25	28 tubería de alimentación para vapor desprendido
30	30 tubería de evacuación para vapor desprendido
32	dispositivo de tratamiento posterior
34	tubería de alimentación para solución con contenido en agente de extracción
30	36 tubería de evacuación para la mezcla de vapor de la solución con contenido en agente de extracción
38	tubería de retirada para vapor de hidrógeno halogenado y/o gas de hidrógeno halogenado concentrado
40	dispositivo de condensación/dispositivo de deshidratación
42	tubería de evacuación de producto
35	44 tubería de reciclaje para producto de condensación

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la concentración de una solución acuosa de partida de hidrácido halogenado, en particular de ácido clorhídrico, que comprende las siguientes etapas:

- 5 - destilar de forma extractiva la solución acuosa de partida de hidrácido halogenado en presencia de un agente de extracción en un dispositivo de destilación (12),
- retirar vapor de hidrácido halogenado y/o gas de hidrácido halogenado del tramo superior del dispositivo de destilación (12),
- retirar una solución con contenido en agente de extracción del tramo inferior del dispositivo de destilación (12),
- 10 - concentrar en un dispositivo de evaporación (14) la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación (12) y
- reciclar la solución con contenido en agente de extracción, concentrada en el dispositivo de evaporación (14), al dispositivo de destilación (12),

15 en donde la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación (12) es concentrada mediante evaporación en el dispositivo de evaporación (14) a una presión que se encuentra por encima de la presión atmosférica, y por que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación (14) se lleva a cabo a una presión superior que la destilación extractiva en el dispositivo de destilación (12).

20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación (14) se lleva a cabo a una presión absoluta mayor que la presión normal presente en el medio meteorológico que, al nivel del mar, asciende a 0,101325 MPa hasta 1,5 MPa, preferiblemente de 0,15 a 1 MPa, de manera particularmente preferida de 0,2 a 0,5 MPa, de manera muy particularmente preferida de 0,25 a 0,4 MPa y lo más preferiblemente de 0,3 a 0,35 MPa.

25 3. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación (14) se lleva a cabo a una temperatura de 80 a 300°C, preferiblemente de 100 a 260°C, de manera particularmente preferida de 120 a 220°C, de manera muy particularmente preferida de 140 a 200°C y lo más preferiblemente de 160 a 180°C.

30 4. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción se lleva a cabo en un dispositivo de evaporación (14), el cual comprende al menos un evaporador que se elige del grupo compuesto de evaporadores de circulación natural, evaporadores de circulación forzada, evaporadores de caldera, evaporadores de película de caída, y combinaciones arbitrarias de los evaporadores precedentes.

35 5. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción se lleva a cabo en un dispositivo de evaporación (14), el cual está configurado en multietapa o, preferiblemente, en monoetapa.

40 6. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción se lleva a cabo en un dispositivo de evaporación (14), cuya superficie interna se compone, al menos por tramos, de un material o está revestida con un material que se elige del grupo consistente en grafito, carburo de silicio, materiales compuestos con contenido en fibras de carbono, polímeros fluorados, esmalte, vidrio, aceros encauchetados y combinaciones arbitrarias de dos o más de los materiales precedentes.

 7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que el material se elige del grupo consistente en grafito, carburo de silicio, politetrafluoroetileno y combinaciones arbitrarias de dos o más de los materiales precedentes.

45 8. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que a partir del tramo inferior del dispositivo de destilación (12) se retira una solución con contenido en agente de extracción con una concentración de agente de extracción en la solución de 30 a 60 % en peso, preferiblemente de 35 a 55 % en peso y de manera particularmente preferida de 40 a 50 % en peso.

50 9. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la solución con contenido en agente de extracción se concentra en el dispositivo de evaporación (14) hasta una concentración de agente de extracción en la solución de 40 a 80 % en peso, preferiblemente de 50 a 70 % en peso y de manera particularmente preferida de 55 a 65 % en peso.

10. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el agente de extracción contiene al menos una sustancia o se compone de la misma, la cual se elige del grupo que se compone de ácido sulfúrico, haluros de metales alcalinos, haluros de metales alcalinotérreos, haluros de aluminio, haluros de amonio y combinaciones arbitrarias de dos o más de los componentes precedentemente mencionados.
- 5 11. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la solución con contenido en agente de extracción concentrada se recicla después de la salida del dispositivo de evaporación (14) al tramo superior y/o central del dispositivo de destilación (12).
12. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el vapor desprendido formado por evaporación de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación (14) se utiliza para el caldeo del dispositivo de destilación (12).
- 10 13. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por que el vapor desprendido formado en el dispositivo de evaporación (14) se retira del dispositivo de evaporación (14) y se conduce a un intercambiador de calor (16), así como se condensa en él, y al intercambiador de calor (16) se aporta solución con contenido en agente de extracción retirada asimismo del tramo inferior del dispositivo de destilación (12), en donde la solución con contenido en agente de extracción aportada al intercambiador de calor (16) se evapora mediante el calor de condensación liberado, y este vapor es reciclado al tramo inferior del dispositivo de destilación (12).
- 15 14. Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado por que una corriente parcial o toda la corriente del vapor desprendido condensado en el intercambiador de calor (16) se pone en contacto con el vapor desprendido retirado del dispositivo de evaporación (14) antes de su introducción en el intercambiador de calor (16), con el fin de formar vapor saturado a partir del vapor desprendido retirado del dispositivo de evaporación (14), antes de su introducción en el intercambiador de calor (16).
- 20 15. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la destilación extractiva se lleva a cabo a una presión absoluta de 0,01 a 0,30 MPa, y preferiblemente de 0,05 a 0,15 MPa.
- 25 16. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la temperatura en el tramo inferior del dispositivo de destilación (12) ascienda a 50 hasta 200°C y preferiblemente a 90 hasta 140°C.
17. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la temperatura en el tramo superior del dispositivo de destilación (12) ascienda a 30 hasta 190°C y preferiblemente a 70 hasta 130°C.
18. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que se emplea una solución de partida de hidrácido halogenado con un contenido en hidrácido halogenado de 1 a menos de 35 % en peso y preferiblemente de 10 a 15 % en peso.
- 30 19. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el vapor de hidrácido halogenado retirado del tramo superior del dispositivo de destilación (12) y/o el gas de hidrácido halogenado retirado del tramo superior del dispositivo de destilación (12) presenta un contenido en hidrácido halogenado de al menos 30 % en peso y preferiblemente de 34 a 38 % en peso.
- 35 20. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el vapor de hidrácido halogenado retirado del tramo superior del dispositivo de destilación (12) y/o el gas de hidrácido halogenado retirado del tramo superior del dispositivo de destilación (12), preferiblemente gas de cloruro de hidrógeno se deshidrata preferiblemente mediante condensación.
- 40 21. Instalación (10) para la concentración de una solución de partida acuosa de hidrácido halogenado, en particular de ácido clorhídrico, que comprende:
- un dispositivo de destilación (12) para la destilación extractiva de la solución de partida acuosa de hidrácido halogenado en presencia de un agente de extracción,
 - al menos una tubería de retirada (38) junto al tramo superior del dispositivo de destilación (12) para la retirada de vapor de hidrácido halogenado concentrado y/o de gas de hidrácido halogenado del tramo superior del dispositivo de destilación (12),
 - al menos una tubería de retirada (24) junto al tramo inferior del dispositivo de destilación (12) para la retirada de una solución con contenido en agente de extracción del tramo inferior del dispositivo de destilación (12),
 - un dispositivo de evaporación (14) para concentrar la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación (12) y
 - una tubería de reciclaje (22) para el reciclaje al dispositivo de destilación (12) de solución concentrada con contenido en agente de extracción, retirada del dispositivo de evaporación (14),
- 45 50

en donde el dispositivo de evaporación (14) está configurado de modo que la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación (12) se concentra mediante evaporación en el dispositivo de evaporación (14) a una presión situada por encima de la presión atmosférica, y la instalación está configurada de modo que la concentración de la solución con contenido en agente de extracción en el dispositivo de evaporación (14) se lleva a cabo a una presión superior que la destilación extractiva en el dispositivo de destilación (12).

22. Instalación (10) según la reivindicación 21, caracterizada por que el dispositivo de evaporación (14) está configurado de modo que la solución con contenido en agente de extracción se concentra mediante evaporación en el mismo a una presión absoluta mayor que la presión normal presente en el medio meteorológico de hasta 1,5 MPa, preferiblemente de 0,15 a 1 MPa, de manera particularmente preferida de 0,2 a 0,5 MPa, de manera muy particularmente preferida de 0,25 a 0,4 MPa y lo más preferiblemente de 0,3 a 0,35 MPa.

23. Instalación (10) según la reivindicación 21 o 22, caracterizada por que el dispositivo de evaporación (14) de modo que la solución con contenido en agente de extracción se concentra en el dispositivo de evaporación (14) a una temperatura de 80 a 300°C, preferiblemente de 100 a 260°C, de manera particularmente preferida de 120 a 220°C, de manera muy particularmente preferida de 140 a 200°C y lo más preferiblemente de 160 a 180°C.

24. Instalación (10) según al menos una de las reivindicaciones 21 a 23, caracterizada por que el dispositivo de evaporación (14) comprenda al menos un evaporador, el cual se elige del grupo consistente en evaporadores de circulación natural, evaporadores de circulación forzada, evaporadores de caldera, evaporadores de película de caída y combinaciones arbitrarias de los evaporadores precedentes.

25. Instalación (10) según al menos una de las reivindicaciones 21 a 24, caracterizada por que el dispositivo de evaporación (14) esté configurado en multietapa, o preferiblemente en monoetapa.

26. Instalación (10) según al menos una de las reivindicaciones 21 a 25, caracterizada por que la superficie interna del dispositivo de evaporación (14) se compone, al menos por tramos, de un material o la superficie interna del dispositivo de evaporación (14) está revestida, al menos por tramos, con un material, el cual se elige del grupo consistente en grafito, carburo de silicio, materiales compuestos con contenido en fibras de carbono, polímeros fluorados, esmalte, vidrio, aceros encauchetados y combinaciones arbitrarias de dos o más de los materiales precedentes.

27. Instalación (10) según al menos una de las reivindicaciones 21 a 26, caracterizada por que la al menos una tubería de reciclaje (22) para el reciclaje de la solución con contenido en agente de extracción conduce desde el dispositivo de evaporación (14), después de la concentración, al tramo superior y/o central del dispositivo de destilación (12).

28. Instalación (10) según al menos una de las reivindicaciones 21 a 27, caracterizada por que ésta presenta al menos una tubería (28) a través de la cual el vapor desprendido formado por evaporación en el dispositivo de evaporación (14) para el caldeo del dispositivo de destilación (12) se pone en contacto directo con solución con contenido en agente de extracción procedente del tramo inferior del dispositivo de destilación (12).

29. Instalación (10) según al menos una de las reivindicaciones 21 a 27, caracterizada por que esta al menos una tubería (28) a través de la cual el vapor desprendido formado por evaporación en el dispositivo de evaporación (14) para el caldeo del dispositivo de destilación (12) se pone en contacto indirecto con solución con contenido en agente de extracción procedente del tramo inferior del dispositivo de destilación (12).

30. Instalación (10) según la reivindicación 28 o 29, caracterizada por que la tubería (28) desemboca en un intercambiador de calor (16), el cual está configurado de modo que el vapor desprendido se condensa en el mismo, desembocando en el intercambiador de calor (16), además, una tubería de alimentación (34), a través de la cual se aporta a éste la solución con contenido en agente de extracción retirada del tramo inferior del dispositivo de destilación (12), estando configurado el intercambiador de calor (16) de modo que la solución con contenido en agente de extracción aportada al intercambiador de calor (16) a través de la tubería de alimentación (34) se evapora mediante el calor de condensación liberado, y presentando el intercambiador de calor (16) una tubería de descarga (36), a través de la cual el vapor formado en el intercambiador de calor (16) es reciclado al tramo inferior del dispositivo de destilación (12).

31. Instalación (10) según la reivindicación 30, caracterizada por que el intercambiador de calor (16) presenta una tubería de descarga adicional, y la instalación (10) abarca un intercambiador de calor adicional, en donde la tubería de descarga del intercambiador de calor (16) desemboca en el intercambiador de calor adicional y el intercambiador de calor adicional comprende, además, una tubería de alimentación, a través de la cual se aporta a éste el vapor desprendido retirado del dispositivo de evaporación, con el fin de formar, a partir del vapor desprendido retirado del dispositivo de evaporación, antes de su introducción en el intercambiador de calor (16), vapor saturado.

32. Instalación (10) según al menos una de las reivindicaciones 21 a 31, caracterizada por que la tubería de descarga (38) desemboca en el tramo superior del dispositivo de destilación (12) para retirar vapor de hidrácido halogenado concentrado y/o gas de hidrácido halogenado concentrado en un dispositivo de deshidratación (40) y preferiblemente en un dispositivo de condensación (40).
- 5 33. Instalación (10) según al menos una de las reivindicaciones 21 a 32, caracterizada por que el dispositivo de destilación (12) abarca una columna de destilación o una torre de destilación.

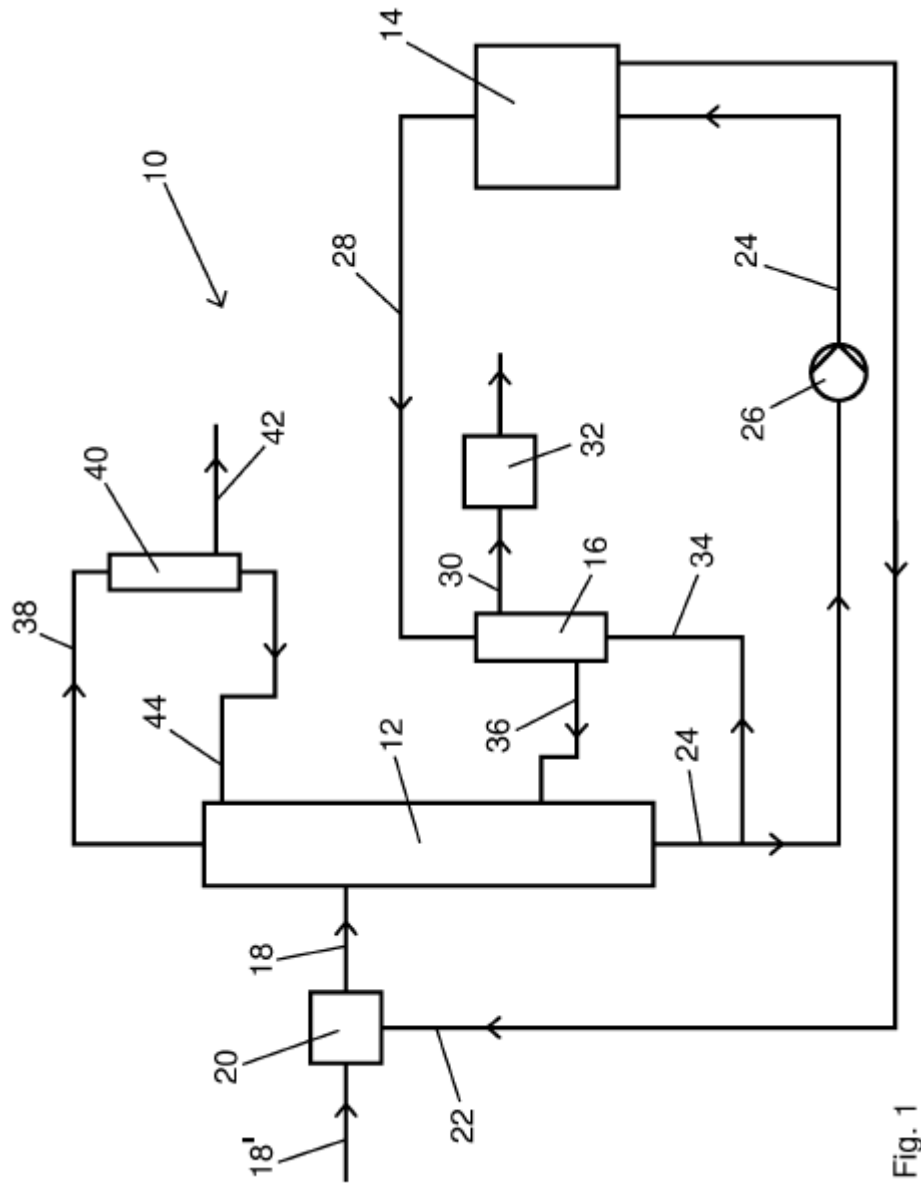


Fig. 1