



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 193 795**

② Número de solicitud: 200000792

⑤ Int. Cl.7: **B01J 47/02**

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **30.03.2000**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **01.11.2003**

Fecha de la concesión: **12.07.2004**

⑭ Fecha de anuncio de la concesión: **16.08.2004**

⑮ Fecha de publicación del folleto de la patente:  
**16.08.2004**

⑰ Titular/es: **EMP. MUN. DE AGUAS Y SANEAMIENTO  
DE MURCIA, S.A.**  
Pza. Circular, 9  
30008 Murcia, ES

⑱ Inventor/es: **Garrido Escudero, Amalio y  
Abellán Cuesta, Pedro**

⑲ Agente: **González Crespo, Carmen**

⑳ Título: **Procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante.**

㉑ Resumen:

Procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante.

Procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante (1) que consiste en tres fases, la primera de producción con la entrada de la alimentación a la columna (2), apertura de las válvulas (3), y (4) hasta agotar la resina, la segunda de regeneración con tres etapas, de forma que la primera de las etapas supone la participación de las válvulas (3), (4), (5) y (7), de la bomba (18), del depósito (14) y del colector (20), la segunda etapa con la actuación de las válvulas (7) y (9), del depósito (15) y del punto (20), la tercera etapa con funcionamiento de las válvulas (8), (9), (10) y (11) y de los contenedores (15) y (16), finalizando con el lavado en el que intervienen las válvulas (12), (13), (10) y (11) y los depósitos (14) y (17).

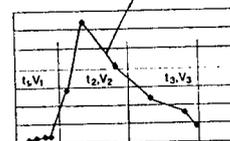
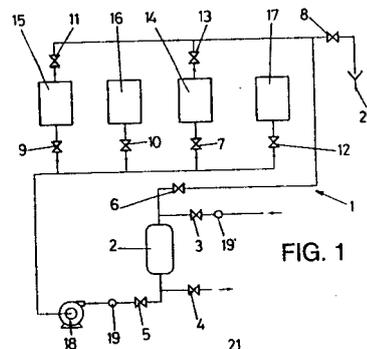


FIG. 2

ES 2 193 795 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

## DESCRIPCION

Procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante.

### Objeto de la invención

La presente memoria descriptiva se refiere a una solicitud de Patente de Invención, relativa a un procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante cuyo interés fundamental reside en proporcionar un proceso en el que tiene lugar una minoración de la cantidad de regenerante necesario así como del valor de efluente producido, permitiendo de este modo un comportamiento más acorde con el medio natural al disminuir el impacto ambiental producido.

### Campo de la invención

Esta invención tiene su aplicación dentro de la industria dedicada a la fabricación de productos químicos y el tratamiento de agua.

### Antecedentes de la invención

Este proceso es muy utilizado en el tratamiento de aguas de abastecimiento y residuales, así como en el acondicionamiento para procesos industriales.

La eliminación de iones indeseables es lo que con mayor frecuencia se persigue en el primero de los tratamientos citados.

Por el contrario, al tratar aguas residuales industriales, la meta consiste en recuperar materiales valiosos como la plata, el oro o el uranio a la vez que se eliminan y recuperan otros elementos como el cromo, el cadmio así como sustancias radioactivas.

Aunque el fenómeno de intercambio ocurre en algunos sólidos naturales como carbón, lignina, zeolitas, etc., en la mayoría de las aplicaciones de intercambio iónico se utilizan resinas sintéticas.

El método más frecuente es el proceso de columna de relleno que consta de una serie de procedimientos intermitentes que incrementan la eficacia de la resina, estableciendo condiciones favorables para la fuerza impulsora de la transferencia de materia, determinada por la diferencia de concentraciones.

Se conoce la existencia del procedimiento de intercambio iónico convencional que consta de tres etapas: producción, regeneración y lavado.

Asimismo, se conoce el proceso ISEP con el que se requiere la sustitución absoluta del equipo utilizado en el caso anterior.

Sin embargo, sería deseable reducir el impacto ambiental ocasionado por los procedimientos expuestos y minorar el coste de inversión que determina el segundo de los procesos mencionados.

El solicitante no tiene conocimiento de la existencia de procedimientos con las propiedades y el nivel de mejora de los que disfruta el objeto de la presente invención.

### Descripción de la invención

El procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante presenta una serie de ventajas que requiere una exposición detallada.

En primer término, es indicado señalar que el volumen de regenerante consumido es inferior al utilizado en el proceso convencional.

Igualmente, la producción de efluente se reduce, siendo posible una minoración del impacto ambiental ocasionado.

Además, si quedan retenidos en la resina diferentes iones, permite la obtención de dos concentrados diferenciados: el primero con una pequeña cantidad de regenerante y con los iones para los que la resina es menos selectiva, y el segundo con grandes valores de regenerante contaminado con los iones para los que la resina es más selectiva, posibilitando todo ello una sencilla reutilización o aprovechamiento de estos concentrados para otras aplicaciones de distinta utilidad, contribuyendo de la misma forma que en lo expuesto con anterioridad a una mejora de la relación con el medio ambiente al reducir el impacto producido.

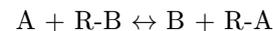
Por otra parte, cuenta con ventajas determinantes en relación al segundo de los procedimientos citados; el ISEP, puesto que necesita para su instalación una inversión inferior.

Consecuencia de la aseveración realizada en el párrafo anterior, es pertinente añadir que la adaptación de un equipo de intercambio iónico convencional a la invención que se propone, es sencilla, mientras que la utilización del sistema ISEP implica la necesidad de sustituir la totalidad de los elementos constitutivos del equipo anterior, de lo que se desprenden unos costes de inversión muy superiores.

De forma más concreta, el intercambio iónico consiste en el intercambio de iones móviles unidos por fuerzas electrostáticas a grupos funcionales ácidos o básicos situados en la superficie de un sólido, por iones de carga similar de la disolución con una mayor afinidad por el grupo funcional.

La cuantificación del equilibrio de intercambio iónico puede tratarse de distintas formas, siendo habitual recurrir a la analogía con una reacción química o con un fenómeno de exclusión de membrana.

Si el equilibrio se considera como si de una simple reacción química se tratara, es factible utilizar la ley fundamental de acción de masas para describir la distribución de iones entre la fase resina y la fase disolución, de manera que:



Siendo A el ion que queremos eliminar y B el ion que aporta la resina.

Según la ley de acción de masas:

$$K_B^A = ((a_B)(a_{R-A}))/((a_A)(a_{R-B}))$$

De forma que  $a_B$  y  $a_A$  son las actividades de los iones B y A en disolución, que en caso de ser diluida pueden igualarse a sus concentraciones, y  $a_{R-A}$  y  $a_{R-B}$  son las actividades de los iones correspondientes en la resina, no susceptible de ser tratada como fase acuosa diluida.

El término  $K_B^A$ , coeficiente de selectividad, no es constante sino que depende de las condiciones experimentales.

La resina será útil si su coeficiente de selectividad es grande, de manera que a mayor coeficiente de selectividad, más elevada es la apetencia por el ion a eliminar de la disolución.

El procedimiento de intercambio iónico convencional dispone de tres grandes etapas, siendo

la primera la de producción, en la que se introduce en la columna de relleno la materia prima a tratar, a continuación se produce la etapa de regeneración donde tiene lugar la entrada del regenerante en corriente directa o en contracorriente, terminando el ciclo con el lavado en el que se procede a pasar agua, materia prima o producto para que arrastre la solución regenerante que queda impregnando la resina, con lo que surge una solución contaminada con regenerante.

Durante la etapa de producción en el método de operación con columna de relleno, se aporta el ion A de forma continua a la citada columna, a la vez que se retira el ion B, consiguiendo de esta forma desplazar el equilibrio hacia la derecha.

En el momento en que toda la resina se encuentra en la forma R-A no es posible eliminar más, siendo necesario desarrollar un proceso de regeneración.

Esta etapa es contraria a la primera y por ello, se aporta B y se retira A, desplazando el equilibrio en este caso hacia la izquierda, aunque es necesario reseñar que puesto que la resina tiene más apetencia por A y con objeto de incrementar la rapidez y eficacia del proceso, se suele utilizar una disolución concentrada de B que actúa como regenerante.

En el proceso propuesto se optimiza la regeneración al realizarla en tres etapas, utilizando como regenerante en la primera, la disolución producida en el lavado anterior, introduciendo para la segunda de las etapas la fracción tercera de la regeneración anterior, gastando regenerante fresco únicamente en la última y tercera etapa.

La razón que justifica la actuación que se determina, es el hecho de que inicialmente, en la regeneración, la resina está toda en forma R-A con lo que es más fácil desplazar el equilibrio hacia la izquierda, si bien, conforme se eleva la cantidad de resina en forma R-B es más difícil, con lo que habrá que aportar más B para continuar desplazando el equilibrio en esa dirección.

La selectividad de las resinas puede ser utilizada para desarrollarlas específicas con una aplicación determinada, aunque el uso de una resina de elevada selectividad tiene como contrapartida una difícil regeneración que implica la necesidad de concentraciones elevadas de regenerante y la retención de una cierta cantidad de iones de una especie que no se deseaba retener y para la que la resina no es selectiva.

Con el método de regeneración que se preconiza, se consigue que se desprendan de la resina todos esos iones que no se deseaban retener en la primera etapa, ya que resulta sencilla su sustitución por el regenerante, lo que provoca la obtención de una solución cargada en estos iones y con una reducida concentración de iones de regenerante B y del ion que se deseaba retener A.

Durante la segunda etapa, se consigue una solución muy cargada en B y en A, resultando la tercera muy cargada en B y poco concentrada en iones A, constituyendo una solución que se reutilizará en la segunda etapa de la siguiente regeneración.

Finalmente, el lavado arrastra todo el regenerante que permanecía impregnando la resina, siendo posible el uso de la solución generada en

la primera etapa de la regeneración siguiente.

### Descripción de los dibujos

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, se acompaña a la presente memoria descriptiva, como parte integrante de la misma, una hoja de planos en la cual con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

La figura número 1.- Muestra un esquema del procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante.

La figura número 2.- Representa un gráfico en el que se contempla la curva de elución del ion A durante el proceso de regeneración convencional con el que se determina el posible uso de la tercera fracción en una regeneración posterior.

### Realización preferente de la invención

El procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante (1) se inicia con la entrada de la alimentación en sentido descendente en la columna de intercambio (2).

La regeneración y el lavado se producen a contracorriente aunque el proceso sería igualmente válido en los casos en los que la regeneración tiene lugar en corriente directa.

Se dispone de cuatro depósitos (14), (15), (16) y (17) y una bomba (18) para la regeneración y el lavado, existiendo igualmente válvulas (3), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10), (11), (12) y (13), que desempeñan funciones de regulación.

Mientras tiene lugar la fase de operación, la alimentación entra a la columna (2) a través de la válvula (3), produciéndose la salida del producto por medio de la válvula (4), estando el resto de válvulas (5), (6), (7), (8), (9), (10), (11), (12) y (13) cerradas y la bomba (18) de regeneración parada.

Al agotarse la capacidad de intercambio de la resina, se inicia la regeneración que se descompone en las siguientes fases.

Se comienza con el cierre de las válvulas (3) y (4), abriéndose la válvula (7) a la vez que se pone en marcha la bomba (18) y sucede la apertura de las válvulas (5), (6) y (8), con lo que se produce la entrada en la columna (2) del contenido alojado en el depósito (14).

El efluente de esta etapa no se puede aprovechar por el sistema con lo que se evacúa al elemento (20).

A continuación, y al haberse vaciado el contenedor (14), se abre la válvula (9) y se cierra la válvula (7), introduciendo de esta forma el regenerante recirculado contenido en el depósito (15), teniendo lugar idéntica extracción del efluente al exterior del sistema alcanzando el punto (20).

Después se produce la entrada del regenerante preparado acogido en el recipiente (16), se abren dos válvulas (10) y (11) y se cierran otras dos válvulas (8) y (9), de modo que el efluente ahora es introducido en el depósito (15).

Finalmente, se procede a lavar la resina para lo que tiene lugar la apertura de las válvulas (12) y (13) y el cierre de las válvulas (10) y (11), pasando de esta forma el agua de lavado alojada en el contenedor (17) a través de la columna (2), in-

roduciéndose la solución producto en el depósito (14).

Después del lavado la resina está lista para volver a producir, siendo obligado detener la bomba (18), el cierre de las válvulas (5), (6), (12) y (13), y la apertura de las válvulas (3) y (4).

Con el procedimiento descrito sólo se consume regenerante en la tercera etapa y en una cantidad reducida puesto que al haberse regenerado la resina parcialmente, el volumen necesario es inferior.

Con objeto de conocer los caudales de operación y regeneración se disponen dos caudalímetros (19) y (19') respectivamente, de forma análoga a la que se practicaba en el proceso convencional.

El control de los valores anteriores se realiza mediante la bomba (18) y las válvulas (3), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10), (11), (12) y (13).

El sistema puede ser concebido para un funcionamiento tanto manual como automático, constituyendo este aspecto un parámetro de diseño.

También es factible incrementar el número de columnas (2) para lograr con el mismo equipo una producción en continuo ajustando los tiempos de producción y regeneración.

El número de columnas (2) de intercambio iónico, para una caudal concreto, puede ser definido para minimizar la inversión, de forma que cuanto mayor es este número, mayor es el coste de calderería y menor el de resina.

La posibilidad de hacer uso de la tercera fracción que contempla el gráfico de la figura 2 adjunta, constituye el fundamento de la invención que se propone.

En dicho gráfico, se representa una curva (21) que se identifica con la elución del ion A durante la regeneración, estando dividida en tres secciones, que corresponden a tres fracciones de regenerante claramente diferenciadas.

La primera que sale de la columna (2) durante la regeneración, corresponde al volumen de materia prima a tratar que ha quedado en la citada columna (2) al finalizar la fase de operación, con lo que contiene poco o nada de ion B, siendo su poder regenerante nulo, presentando una elución de ion A muy baja.

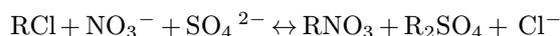
Las dos fracciones siguientes corresponden a

regenerante que extrae ion A, disponiendo la segunda de una elevada concentración del citado ion puesto que inicialmente la resina está saturada del mismo.

La última se identifica con aquella en la que el regenerante que sale de la columna (2) contiene una reducida concentración de A.

Se dispone de una segunda realización en la que se hace uso de columnas de relleno con resina específica para la eliminación de nitrato, existiendo una especial aplicación para aguas brutas que contienen una relación "sulfato/nitrato" elevada.

El equilibrio de intercambio iónico para el caso en el se retira nitrato en presencia de una alta concentración de sulfato, se expresa como sigue:



Durante la etapa de producción, se aportan nitrato y sulfato de forma continuada a la columna (2), al mismo tiempo que se retira cloruro cedido por la resina, consiguiendo de esta forma desplazar el equilibrio hacia la derecha.

El final viene determinado por la inexistencia de resina en la forma RCl, momento en el que no se puede eliminar más nitrato, siendo necesario regenerar la resina.

Para realizar la operación inversa, se aporta cloruro y se retiran nitrato y sulfato, desplazando el equilibrio hacia la izquierda.

Dado que la resina tiene una menor apetencia por el sulfato, éste saldrá en primer lugar por la columna (2) seguido del nitrato, siendo necesario incorporar grandes cantidades de cloruro para eliminar la totalidad del nitrato de la resina.

No se considera necesario hacer más extensa esta descripción para que cualquier experto en la materia comprenda el alcance de la invención y las ventajas que de la misma se derivan.

Los materiales, forma, tamaño y disposición de los elementos serán susceptibles de variación, siempre y cuando ello no suponga una alteración a la esencialidad de la invención.

Los términos en que se ha descrito esta memoria deberán ser tomados siempre con carácter amplio y no limitativo.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante (1) **caracterizado** por estar constituido por una columna (2) de relleno, cuatro depósitos (14), (15), (16) y (17), válvulas (3), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10), (11), (12) y (13), una bomba (18) de regeneración, caudalímetros (19) y (19') y un colector (20), existiendo un orden de actuación como el que sigue:

A) Producción, entrada de la alimentación a la columna (2), apertura de las válvulas (3) y (4) hasta agotar la resina.

B) Regeneración, primera etapa, cierre de las válvulas (3) y (4), se abre la válvula (7), se pone en marcha la bomba (18), apertura de la válvula (5), entrada del lavado recirculado contenido en el depósito (14) y expulsión del efluente al colector (20).

C) Regeneración, segunda etapa, apertura de la válvula (9), cierre de la válvula (7), introducción del regenerante circulado alojado en el depósito (15) y eliminación del efluente al mismo punto (20).

D) Regeneración, tercera etapa, entrada del regenerante preparado acogido en el recipiente (16), se abren las válvulas (10) y (11), se cierran

las válvulas (8) y (9), introduciéndose el efluente en el contenedor (15).

E) Lavado, apertura de las válvulas (12) y (13), cierre de las válvulas (10) y (11), atravesando el agua de lavado del depósito (17) la columna (2), entrando en el contenedor (14) la solución producida.

2. Procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante (1), según la primera reivindicación, **caracterizado** porque existe una segunda realización en la que se aportan nitratos y sulfatos para la fase de producción eliminando cloruros, incorporando durante la regeneración elevadas cantidades de cloruros para retirar la totalidad de los nitratos y sulfatos de la resina.

3. Procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante (1), según la primera reivindicación, **caracterizado** porque la evolución de la elución del ion A o de los nitratos se corresponde con la curva (21).

4. Procedimiento de regeneración en las operaciones de intercambio iónico con reducción del consumo de regenerante (1), según la primera reivindicación, **caracterizado** porque el funcionamiento del sistema puede ser tanto manual como automático.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

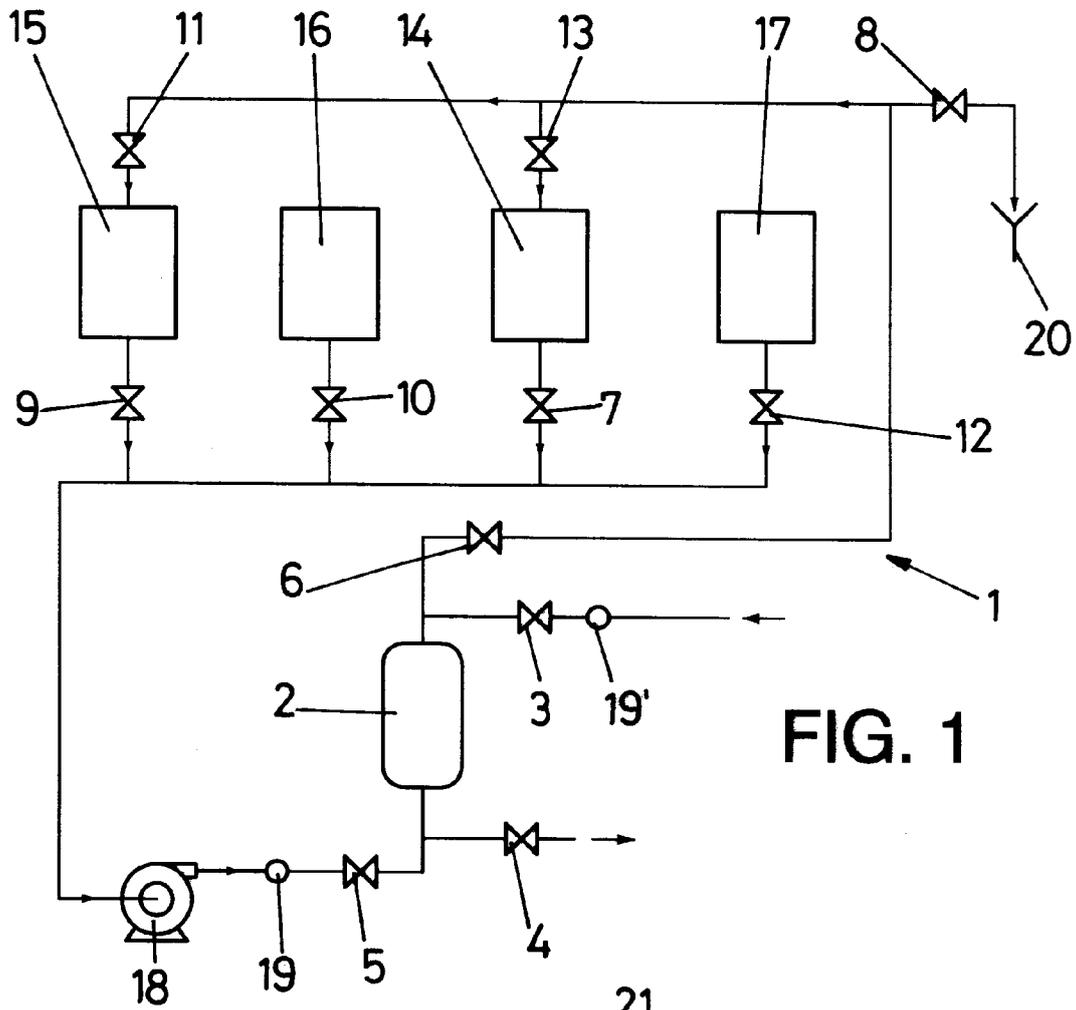


FIG. 1

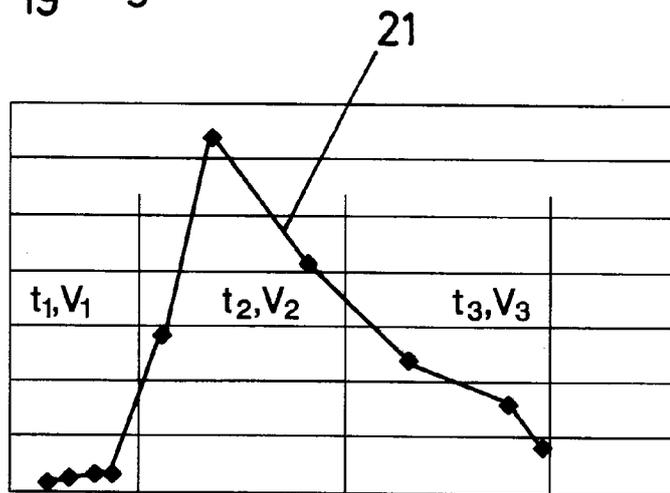


FIG. 2



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 193 795

② N° de solicitud: 200000792

③ Fecha de presentación de la solicitud: **30.03.2000**

④ Fecha de prioridad:

## INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.7: B01J 47/02

### DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	ES 8700964 A (PROGRESS EQUITIES INCORP.) 16.11.1986, reivindicaciones 1-3.	1
A	FR 2535220 A (FOESSEL EUGÈNE) 04.05.1984, página 3, línea 30 - página 6, línea 27; figuras.	1
A	US 5460724 A (SCHWERING et al.) 24.10.1995, columna 7, línea 12 - columna 10, línea 28; figuras.	1

#### Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

#### El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

03.10.2003

Examinador

I. Ramos Asensio

Página

1/1