



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 263 070**

51 Int. Cl.:  
**C22B 43/00** (2006.01)  
**B01D 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

96 Número de solicitud europea: **03811759 .4**  
96 Fecha de presentación : **17.11.2003**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1567684**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **31.08.2005**

54 Título: **Procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de disoluciones impurificadas con mercurio.**

30 Prioridad: **26.11.2002 DE 102 55 239**

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **01.12.2006**

45 Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **15.03.2010**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **15.03.2010**

73 Titular/es: **BASF SE**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Guth, Josef;**  
**Friedrich, Holger;**  
**Bender, Hans-Jürgen y**  
**Schläfer, Dieter**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 263 070 T5

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de disoluciones impurificadas con mercurio.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de líquidos. En especial, la invención se refiere a un procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de disoluciones, especialmente a un procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de las disoluciones producidas en la descomposición de amalgama alcalina a través de agua o alcoholes, sobre todo disolución acuosa de hidróxido alcalino o disolución acuosa de alcoholato alcalino.

10 En algunos procedimientos químicos se producen líquidos que contienen mercurio. Debido a su toxicidad, el mercurio es una impureza indeseable en la mayor parte de los casos, y por lo tanto se debe eliminar habitualmente. A modo de ejemplo, en la electrólisis alcalina de cloro según el procedimiento de amalgama se genera cloro y una amalgama alcalina. Esta amalgama alcalina se descompone para la obtención de los productos importantes, y obtenidos en grandes cantidades, hidróxido alcalino o alcoholato alcalino, bajo adición de agua o alcohol, liberándose de nuevo el mercurio y devolviéndose a la electrólisis. La disolución acuosa de hidróxido alcalino generada en la descomposición de amalgama (habitualmente denominada "lejía alcalina", "hidróxido sódico" designa especialmente una disolución acuosa de hidróxido sódico e "hidróxido potásico" designa una disolución acuosa de hidróxido potásico), o disolución alcohólica de alcoholato alcalino contiene, no obstante, mercurio ya en cantidades reducidas, típicamente en un intervalo de 10 a 50 ppm ("partes por millón", es decir miligramo por kilogramo. En el ámbito de esta invención los datos ppm o ppb, "partes por billón", es decir, microgramo por kilogramo, representan siempre proporciones másicas). Este contenido en mercurio puede alcanzar también valores por encima de 100 ppm bajo ciertas circunstancias. Esta cantidad de mercurio no es tolerable para la mayor parte de aplicaciones de hidróxidos alcalinos o alcoholatos alcalinos, y se debe reducir mediante un procedimiento para la eliminación de mercurio ("desmercurizado"). En este caso se pretenden valores a lo máximo de pocos ppb, de modo ideal a lo sumo 3 ppb, es decir, el contenido en mercurio se debe reducir en un factor de aproximadamente  $10^4$ .

El mercurio se presenta habitualmente, al menos en parte, en forma de mercurio metálico, que se presenta casi siempre dispersado o disuelto -por debajo del límite de solubilidad- en forma de gotas ultrafinas en el líquido.

30 Son ya conocidos diversos procedimientos para la eliminación de mercurio a partir de corrientes de productos, también en relación con la disociación de amalgama alcalina.

La EP 761 830 A2 da a conocer un procedimiento muy sencillo, puramente mecánico, en el que se recoge mercurio finamente distribuido en líquidos mediante coalescencia en forma de gotitas de mercurio mayores fácilmente separables. Con este procedimiento es posible un empobrecimiento de mercurio en un factor de al menos 10, pero no por debajo del intervalo inferior de ppb.

40 Frecuentemente se utiliza la formación de amalgamas sólidas para la eliminación de mercurio. Los metales más apropiados a tal efecto son los del grupo 11 del Sistema Periódico de los Elementos, que se emplean casi siempre en forma de una masa de absorción, en la que el metal está distribuido sobre un soporte. De este modo, la DE 21 02 039 da a conocer un procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de gases, como el hidrógeno que se produce en la obtención de hidróxido alcalino mediante disociación de amalgama alcalina con agua, en el que se ponen en contacto gases impurificados con mercurio con cobre sobre un soporte de óxido de aluminio poroso, y de este modo se liberan de mercurio. La US 4,230,486 da a conocer un procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de líquidos mediante paso a través de un agente de absorción que contiene plata metálica sobre un soporte poroso. La DE 42 21 207 A1 enseña un procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de líquidos, como hidróxidos alcalinos o disoluciones de alcoholato alcalino mediante paso a través de fibras revestidas con plata. La DE 42 21 205 A1 y la DE 42 21 206 dan a conocer procedimientos para la elaboración de tales fibras según su empleo correspondiente a determinación. La DE 41 16 890 da a conocer una serie de agentes de absorción para la eliminación de mercurio, que contienen determinados metales, en especial Cu, Ag, Fe, Bi, pero también Au, Sn, Zn y Pd, así como mezclas de los citados metales, en forma metálica u oxídica, o como sulfuro sobre un material soporte. Si bien estos procedimientos posibilitan un empobrecimiento de mercurio hasta en el intervalo de pocos ppb, no obstante, las masas de absorción empleadas son casi siempre muy difícilmente regenerables, su capacidad de absorción se agota rápidamente, y son relativamente costosas debido al considerable contenido necesario en metales nobles.

60 Por la DE 26 43 478 es conocido el empleo de carbón activo con una superficie específica de al menos 250 m<sup>2</sup>/g para la eliminación de mercurio a partir de líquidos mediante adsorción. El empleo de filtros flotantes de carbón activo para la eliminación de mercurio a partir de hidróxido sódico, hidróxido potásico o disoluciones de alcoholato es habitual técnicamente, como se describe por Isfort, Chemie Anlagen und Verfahren ("CAV"), Sept. 1972, páginas 65-69. No obstante, también el tratamiento sencillo con carbón activo no conduce en todos los casos a resultados satisfactorios. En especial, para la consecución de valores de mercurio reducidos deseados se debe emplear un polvo finamente granulado de un carbón activo de superficie elevada. Sobre todo en la filtración de disoluciones de alcoholato, en las que (en contrapartida a lejías acuosas) mediante reacciones secundarias con el alcohol o eliminación de alcoholato se forman suspensiones muy finamente divididas, los filtros de carbón activo se adicionan a estas suspensiones muy rápidamente mediante sedimentaciones, de modo que se alcanza un período de aplicación de los filtros insatisfactorio, lo que hace deficiente económicamente el tratamiento de carbón activo. La DE 197 04 889 da conocer como ayuda un procedimiento de tres etapas para el desmercurizado de disoluciones de alcoholato alcalino, en el que se conduce

la disolución a través de material fibroso inerte en una primera etapa, para separar de este modo las suspensiones finamente divididas y reducir el contenido en mercurio en un factor de aproximadamente 10 como efecto secundario. La disolución se filtra en una segunda etapa a través de un filtro de carbón activo habitual, con un carbón activo de superficie elevada y finamente dividido, lo que reduce el contenido en mercurio a su vez en un factor de aproximadamente 10. En una tercera etapa se lleva a cabo una concentración por destilación de alcoholato, es decir, mediante evaporación de alcohol se concentra por evaporación la disolución, y de este modo se ajusta la concentración de alcoholato deseada, disponiéndose la disolución de alcoholato en una burbuja de destilación, y destilándose alcohol a través de una columna de cuerpos de relleno. En este caso, la concentración de mercurio se reduce de nuevo en un factor de aproximadamente 10. Con el procedimiento descrito se consiguen contenidos en mercurio de 28 a 50 ppb. Tampoco en este procedimiento se pueden alcanzar los contenidos en mercurio deseados, como máximo de 3 ppb.

Por lo tanto, es tarea de la presente invención encontrar un procedimiento sencillo y satisfactorio desde el punto de vista económico, con el que se puedan reducir los contenidos en mercurio en hidróxidos alcalinos, pero también en disoluciones de alcoholato alcalino, a valores de un máximo de 3 ppb. Correspondientemente se encontró un procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de disoluciones mediante destilación, que está caracterizado porque la disolución impurificada se define según la reivindicación 1 y 2.

Sorprendentemente se descubrió que con este procedimiento se alcanzan grados de empobrecimiento de mercurio considerablemente mayores que con procedimientos o pasos de procedimiento conocidos: con el procedimiento de destilación muy sencillo según la invención se puede empobrecer mercurio en un factor de más de 100. El procedimiento según la invención es apropiado para el empobrecimiento de mercurio en hidróxidos alcalinos, y también en disoluciones de alcoholato alcalino, y se puede combinar con otros procedimientos o pasos de procedimiento de purificación, para alcanzar grados de empobrecimiento de mercurio más elevados. También una puesta en práctica reiterada del procedimiento de purificación por destilación según la invención ocasiona un empobrecimiento en mercurio correspondientemente más elevado.

La disolución a purificar se introduce en la columna en la cabeza de la columna.

La disolución empobrecida en mercurio se extrae en la cola de la columna. Esto significa que la disolución se extrae de la columna en el extremo inferior de la columna, es decir, por debajo de la verdadera estructura de destilación en la que tiene lugar un intercambio de gas/líquido que caracteriza la destilación. Esto puede ser tanto la verdadera cola, es decir, el propio extremo inferior de la columna, en la mayor parte de los casos cargado con líquido, como también otro colector de líquido o recipiente de destilación ("burbuja de destilación") unido a la misma.

El procedimiento según la invención se emplea para la eliminación de mercurio a partir de hidróxidos alcalinos o disoluciones de alcoholato alcalino, en especial se generan aquellas disoluciones alcalinas o disoluciones de alcoholato alcalino, que se generan mediante descomposición de amalgama alcalina con agua o alcohol. La obtención de amalgama alcalina y su descomposición con agua o alcohol, no catalizada, o bajo empleo de catalizadores, son tecnologías conocidas. Como álcali se emplean litio, sodio, potasio, rubio o cesio, preferentemente sodio o potasio. Mediante descomposición de amalgama sódica o potásica con agua se produce hidróxido sódico o potásico. Mediante descomposición de amalgama sódica o potásica con alcohol se produce una disolución del correspondiente alcoholato sódico o potásico en el correspondiente alcohol. La lejía o la disolución de alcoholato están siempre impurificadas con mercurio, como se ha descrito anteriormente, que se elimina completa o sensiblemente con el procedimiento según la invención.

Como alcohol para la generación de una disolución de alcoholato alcalino a tratar con el procedimiento según la invención se puede emplear cualquier alcohol. Preferentemente se emplea un alcohol sustituido o no sustituido, alifático, alicíclico, aromático, arilalifático, arilalícíclico, cicloalquilaromático o alquilaromático. En especial se emplean los alcoholes de cadena lineal o ramificados alifáticos con 1 a 6 átomos de carbono, como metanol, etanol, 1-propanol ("n-propanol"), 2-propanol ("iso-propanol"), 1-butanol ("n-butanol"), 2-butanol ("iso-butanol"), 2-metil-1-propanol ("sec-butanol"), 1,1-dimetil-1-etanol ("terc-butanol") o los alcoholes isómeros aislados con 5 o 6 átomos de carbono. Es especialmente preferente el empleo de metanol o etanol.

Mediante descomposición de amalgama sódica o potásica con metanol o etanol se genera una disolución de metanolato sódico o metanolato potásico en metanol, o una disolución de etanolato sódico o etanolato potásico en etanol, que se somete entonces al procedimiento según la invención.

La concentración de la disolución empleada en el procedimiento según la invención -es decir, a modo de ejemplo la lejía alcalina o disolución de alcoholato alcalino obtenida mediante descomposición de amalgama alcalina con agua o alcohol, se puede variar en amplios intervalos, no es decisiva para la presente invención. La concentración de la disolución impurificada con mercurio y la cantidad de disolvente separada por destilación se ajustan de modo que, en la cola de la columna, se extrae una disolución de concentración deseada y de contenido en mercurio máximo deseado.

En la mayor parte de los casos, la concentración se determina o se influye decisivamente sobre la misma mediante las condiciones de obtención de las disoluciones, en el caso de descomposición de amalgama alcalina eventualmente por la cantidad de alcohol o agua empleada para la descomposición y por el contenido en álcali de la amalgama. Por lo tanto, en la mayor parte de los casos son habituales técnicamente determinadas concentraciones de disolución a purificar, y frecuentemente los subsiguientes procedimientos están diseñados también a estas concentraciones habituales

## ES 2 263 070 T5

de sus sustancias de empleo. La disolución liberada de mercurio con el procedimiento según la invención se puede diluir o concentrar a continuación sin problema, y llevar de este modo a la concentración deseada. No obstante, una ventaja del procedimiento de destilación según la invención consiste en que, mediante la selección de la concentración de la disolución introducida en la columna y la cantidad de disolvente destilado se puede extraer una disolución de la concentración deseada en la cola de la columna. En una forma preferente de ejecución del procedimiento según la invención se añade a la disolución la cantidad de disolvente que se destila, antes o durante la destilación como disolvente adicional, y de este modo se mantiene la concentración de partida inicial de la disolución tratada. Esto se puede efectuar mediante dilución de la disolución antes de la destilación, pero también mediante introducción simultánea de disolución y disolvente en la columna de destilación. De este modo se mantiene la concentración producida en la obtención habitual de la disolución, y por lo tanto se mantiene técnicamente también la concentración habitual de la disolución, y únicamente se reduce su contenido en mercurio.

Si antes de la destilación según la invención se llevan a cabo otros pasos de purificación, la concentración empleada se puede ajustar también según los requisitos de estos pasos de purificación. Si se llevan a cabo eventualmente pasos de filtración adicionales, evidentemente se prohíbe por completo el empleo de mezclas.

En la purificación de hidróxido sódico o potásico se ajusta en general una concentración de al menos un 10% en peso, preferentemente al menos un 15% en peso, de modo especialmente preferente al menos un 20% en peso, así como generalmente un máximo de un 70% en peso, preferentemente un máximo de un 65% en peso, y de modo especialmente preferente un máximo de un 60% en peso de hidróxido sódico o potásico en agua. En la purificación de metanolato sódico o potásico se ajusta en general una concentración de al menos un 20% en peso, de modo preferente al menos un 25% en peso, y de modo especialmente preferente al menos un 27% en peso, así como en general un máximo de un 40% en peso, de modo preferente un máximo de un 32% en peso, y de modo especialmente preferente un máximo de un 31% en peso de metanolato sódico o potásico en metanol. En la purificación de etanolato sódico o potásico se ajusta en general una concentración de al menos un 10% en peso, de modo preferente al menos un 15% en peso, y de modo especialmente preferente al menos un 16% en peso, así como en general un máximo de un 30% en peso, de modo preferente un máximo de un 22% en peso, y de modo especialmente preferente un máximo de un 20% en peso de etanolato sódico o potásico en etanol.

A la disolución se añade disolvente adicional antes de o durante la destilación, empleándose un disolvente adicional que tiene a lo sumo el mismo punto de ebullición que el disolvente de la disolución impurificada con mercurio. Con otras palabras, como disolvente adicional se puede emplear un disolvente que tenga un punto de ebullición más reducido que el disolvente de la disolución impurificada con mercurio. No obstante, el disolvente de la disolución impurificada con mercurio se emplea también como disolvente adicional. Para la eliminación de mercurio a partir de lejías, como hidróxido sódico o potásico, se emplea preferentemente agua como disolvente adicional, para la eliminación de mercurio a partir de disoluciones metanólicas de metanolato sódico o potásico se emplea metanol, y para la eliminación de mercurio a partir de disoluciones etanólicas de etanolato sódico o potásico se emplea etanol.

La proporción de disolución impurificada con mercurio y disolvente adicional, y la cantidad de disolvente destilada se seleccionan de modo que, por una parte, se alcance la concentración final deseada de la disolución purificada, y por otra parte se alcance el empobrecimiento en mercurio deseado. Típicamente se ajusta una proporción de disolución respecto a disolvente adicional en general de al menos 30:1, de modo preferente al menos 20:1, y de modo especialmente preferente al menos 10:3, así como en general a lo sumo 1:3, de modo preferente 1:2, y de modo especialmente preferente a lo sumo 4:1. La cantidad de disolvente destilado se selecciona de modo que se alcance la concentración final deseada de la disolución purificada.

El disolvente adicional se introduce en la columna en la misma posición de la columna que la disolución a purificar, o en una posición diferente de la misma, a modo de ejemplo en la cola de la columna, a una altura entre cola y cabeza de la columna, o en la cabeza de la columna. El disolvente adicional se introduce en la columna cómodamente en el mismo punto que la disolución a purificar.

Presión y temperatura en la destilación se seleccionan según las condiciones generales presentes (eventualmente según los medios de calefacción presentes en el lugar de la columna), esto es una tarea rutinaria. Típicamente se seleccionan presión y temperatura como es habitual desde el punto de vista técnico en la destilación del respectivo disolvente. En la destilación de agua, metanol o etanol se ajusta frecuentemente presión normal, y se destila en el correspondiente punto de ebullición bajo presión normal.

El mercurio se separa del disolvente destilado como fase líquida, y se elimina, o preferentemente se devuelve de nuevo a la obtención de amalgama. El disolvente destilado se elabora o se elimina de nuevo. Del mismo modo, se puede devolver de nuevo a la columna. En tanto se trate del mismo disolvente que en la disolución impurificada con mercurio, preferentemente se emplea para la obtención de la disolución. En la obtención de hidróxido alcalino o disoluciones de alcoholato alcalino, el agua destilada o el alcohol destilado se devuelven preferentemente a la descomposición de amalgama. En este caso, casi siempre es innecesaria una separación previa de mercurio, el mercurio contenido en la disolución se devuelve entonces al desintegrador en la circulación de mercurio de obtención y descomposición de amalgama. No obstante -como prácticamente siempre en el caso de recirculaciones de corrientes de sustancias- puede ser recomendable escluir y eliminar una corriente parcial de la corriente de disolvente recirculada para impedir o limitar un aumento de nivel de impurezas (mercurio y/u otras posibles impurezas).

## ES 2 263 070 T5

La forma de ejecución de la columna de destilación empleada no es decisiva para la invención, y se puede efectuar según consideraciones esencialmente económicas, no obstante, se debe dar el rendimiento de separación requerido para la destilación del disolvente. La ejecución de tales columnas es estado de la técnica. A modo de ejemplo, se pueden emplear columnas de platos o columnas empaquetadas. El empleo de columnas de platos es preferente debido a la configuración más sencilla de la estructura de destilación. Se puede emplear cualquier forma de construcción conocida de platos de columna, a modo de ejemplo platos de burbujas, platos de túnel o platos de válvulas.

El procedimiento de empobrecimiento de mercurio según la invención se puede combinar con cualquier otro procedimiento de purificación conocido para dar un procedimiento total, para combinar también la acción de empobrecimiento de los diversos pasos de procedimiento del procedimiento total. A modo de ejemplo, la combinación del procedimiento según la invención con otro procedimiento, con el que se empobrece mercurio en el factor 10, conducen a un empobrecimiento total en un factor de aproximadamente  $10^3$ , y la combinación con otros dos procedimientos con los que se puede empobrecer mercurio en un factor de 10 respectivamente, conducen a un empobrecimiento total en el factor  $10^4$ . El orden de puesta en práctica de los pasos de procedimiento aislados del procedimiento total se puede seleccionar libremente en principio. En general es ventajoso llevar a cabo en primer lugar pasos de procedimiento que son apropiados predominantemente para la eliminación de mayores cantidades de mercurio, para llevar a cabo la purificación fina concluyente con el procedimiento según la invención, sin conducir cantidades de mercurio relativamente elevadas a la columna de destilación. A modo de ejemplo es recomendable llevar a cabo procedimientos mecánicos, como por ejemplo la coalescencia de gotitas de mercurio para dar gotas mayores antes del procedimiento de destilación según la invención. Si se emplean también agentes absorbentes a base de metales nobles en amalgama, bajo aceptación de sus inconvenientes, preferentemente estos se emplean después de la destilación según la invención para aprovechar de manera óptima su elevada acción de limpieza pero con capacidad de absorción reducida. No obstante, el procedimiento de destilación según la invención no requiere el empleo de tales agentes absorbentes, en el mejor de los casos con excepción de algunos casos aislados con requisitos de limpieza extremos.

En una forma de ejecución preferente del procedimiento de destilación según la invención para la purificación, en especial, de hidróxidos alcalinos o disoluciones de alcoholato alcalino, se lleva a cabo una filtración a través de carbón antes de la destilación. Para este paso de filtración se pueden emplear cualquiera de los procedimientos de filtración de carbón activo conocido para tales disoluciones. Una de las ventajas del procedimiento según la invención consiste en que, para un paso previo de filtración de carbón, es suficiente el empleo de un carbón relativamente grosero, y de este modo se evita la problemática de obturación a través de suspensión fina en disoluciones de alcoholato. Para un paso de filtración de carbón se emplea típicamente un carbón con un tamaño de grano medio en general de al menos 10 micrómetros, preferentemente al menos 20 micrómetros, así como un máximo de 1.000 micrómetros, preferentemente un máximo de 500 micrómetros. La superficie BET de tales carbones se sitúa en general en al menos  $0,2 \text{ m}^2/\text{g}$ , preferentemente al menos  $0,5 \text{ m}^2/\text{g}$ , así como en general en un máximo de  $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ , preferentemente un máximo de  $10 \text{ m}^2/\text{g}$ . A modo de ejemplo, es convenientemente apropiado electrografito. Un electrografito preferente presenta una superficie de aproximadamente  $1 \text{ m}^2/\text{g}$ . De modo habitual se filtra la disolución impurificada con mercurio a través de una capa de carbón, que presenta un grosor de al menos 0,5 mm, preferentemente 1 mm, así como un máximo de 30, preferentemente un máximo de 10 mm. A tal efecto se puede emplear cualquier construcción filtrante en la que se pueda suspender una capa de filtro de carbón correspondiente, a modo de ejemplo filtro plano, filtro en rodajas, cartucho filtrante, filtro de plato, embudo de filtración, filtro de ranura de contornos o cartuchos filtrantes de cordón de material sintético. Es preferente el empleo de filtros de ranura de contorno, en los que suspende el carbón en forma de una suspensión en el disolvente empleado. Esto es estado de la técnica bastante conocido.

Además, el procedimiento de destilación según la invención se puede combinar con un paso de filtración bajo empleo de materiales fibrosos. También estos procedimientos de filtración son conocidos. Típicamente se emplean fibras inertes, a modo de ejemplo fibras de polietileno, polipropileno, poliestireno, politetrafluoretileno, celulosa, fibras minerales, como lana de vidrio o lana mineral, o mezclas de tales fibras. Las fibras se prensan habitualmente para dar un producto plano, y opcionalmente también se sinterizan, se dotan de un aglutinante, cargas y/o aditivos o un tejido de apoyo. Estas esteras de material no tejido presentan canales o poros abiertos, y tienen típicamente una porosidad en el intervalo de un 50 a un 90%. Se emplean en formas habituales, a modo de ejemplo como discos, como módulos filtrantes, como cartuchos filtrantes (habitualmente como cilindro con superficie ampliada mediante pliegues) o en cualquier otra forma conocida.

La filtración a través de un filtro fibroso se lleva a cabo antes de la destilación y tras la filtración a través de carbón. En la presente invención se filtra hidróxido sódico o potásico, una disolución metabólica de hidróxido sódico o metanolato potásico, o una disolución etanólica de etanolato sódico o potásico, en primer lugar a través de un filtro de carbón, después se filtra a través de un filtro de material fibroso inerte, y a continuación se libera de mercurio mediante introducción en una columna de destilación, junto con una cantidad adicional de disolvente, preferentemente de disolución a purificar, en la cabeza de la columna, separación por destilación de disolvente, y extracción de lejía purificada o disolución de alcoholato en la cola de la columna.

Igualmente es posible llevar a cabo varias veces los pasos de filtración, o combinarlos de cualquier modo. A modo de ejemplo se puede filtrar varias veces a través de carbón, varias veces a través de material fibroso, o varias veces a través de carbón y material fibroso. El acondicionamiento concreto y secuencia de pasos de filtración aislados es una tarea rutinaria del especialista, que se soluciona según la corriente a tratar, su contenido en impurezas y los requisitos en empobrecimiento.

## ES 2 263 070 T5

Con el procedimiento descrito es posible un empobrecimiento muy sencillo de mercurio a los valores alcanzables mediante empleo de metales nobles en amalgama, es decir, a un máximo de 3 ppb, sin tener que aceptar los inconvenientes de los metales nobles en amalgama.

### 5 Ejemplos

#### Ejemplo 1

(No correspondiente a la invención)

10

Se cubrió un filtro de ranura de contorno con una capa de carbón de 2 a 3 mm de grosor mediante flotación de una suspensión de electrografito (tamaño de grano medio 300 micrómetros, superficie BET 1,1 m<sup>2</sup>/g) en metanol. A una temperatura de 70-80°C se filtró una disolución metanólica de metanolato sódico cargada con mercurio, al 27% en peso, con una cantidad de flujo de 12-15 litros por 100 cm<sup>2</sup> de área filtrante y hora. La disolución saliente se introdujo a continuación en la cabeza de una columna de platos de túnel accionada continuamente, junto con 20 litros de metanol por 100 litros de disolución de metanolato sódico. Se destiló tanto metanol que se obtuvo una disolución de metanolato sódico al 30% en peso en la cola de la columna.

15

Antes y después de filtración, así como después de la destilación, se extrajeron respectivamente 4 muestras, y se analizaron sobre su contenido en mercurio. Los resultados se representan en la siguiente tabla.

20

<b>Antes de filtración</b>	<b>Tras filtración</b>	<b>Tras destilación</b>
<b>[ppm]</b>	<b>[ppm]</b>	<b>[ppb]</b>
23	3,3	20
21	4,3	10
18	3,3	14
17	3,1	12.

25

30

Los valores muestran que, con el procedimiento de destilación según la invención, se alcanzan grados de empobrecimiento de mercurio claramente mayores que 100, ya pesar de empleo de un carbón filtrante relativamente grosero se alcanzan contenidos en mercurio con un procedimiento de sólo dos etapas más reducidos que con el procedimiento de la DE 197 04 889, en el que se dispone la disolución impurificada con mercurio en una burbuja de destilación, y se extrae únicamente el disolvente.

35

#### 40 Ejemplo 2

Como en el ejemplo 1 se llevó a cabo una filtración de carbón con una disolución de metanolato sódico al 27% en peso. A continuación se diluyó la disolución de metanolato con metanol en proporción 5:1, y se filtró a través de un módulo filtrante discoidal con una capa filtrante constituida por una mezcla de fibras de celulosa con Kieselgur con anchuras de poro en el intervalo de 2 a 5 micrómetros. Después se añadió la disolución a la cabeza de una columna de platos de túnel accionada continuamente sin dilución adicional. Se destiló tanto metanol que en la cola de la columna se obtuvo una disolución de metanolato sódico al 30% en peso.

45

Antes y después de filtración, así como tras la destilación, se extrajeron respectivamente 5 muestras y se analizaron sobre su contenido en mercurio. Los resultados se representan en la siguiente tabla.

50

<b>Antes de filtración</b>	<b>Tras filtración de carbón</b>	<b>Tras filtración a través de material fibroso y destilación</b>
<b>[ppm]</b>	<b>[ppm]</b>	<b>[ppb]</b>
18	2,3	1,2
19	3,5	2
19	2,9	1
19	2,3	2
>100	1,8	< 1

55

60

65

## ES 2 263 070 T5

### Ejemplo 3

Como en el ejemplo 1 se llevó a cabo una filtración de carbón con disolución de metanolato sódico al 27% en peso. A continuación se diluyó la disolución de metanolato con metanol en proporción 5:1,1, y se filtró a través de un módulo de cartucho filtrante con cartuchos filtrantes de tela no tejida de polipropileno. Los cartuchos se cargaron con 460 a 560 l/h, referido a un elemento filtrante con 10 pulgadas de longitud. Después se añadió la disolución a la cabeza de una columna de platos de túnel accionada continuamente sin dilución adicional. Se destiló tanto metanol que en la cola de la columna se obtuvo una disolución de metanolato sódico al 30% en peso.

Antes y después de filtración, así como tras la destilación, se extrajeron respectivamente 2 muestras y se analizaron sobre su contenido en mercurio. Los resultados se representan en la siguiente tabla.

	<b>Antes de filtración</b>	<b>Tras filtración de carbón</b>	<b>Tras filtración a través de material fibroso y destilación</b>
	<b>[ppm]</b>	<b>[ppm]</b>	<b>[ppb]</b>
	1,08	3,6	1
	13,8	4,2	1

Los ejemplos 2 y 3 muestran que, bajo empleo del procedimiento de destilación según la invención con gasto comparable al de procedimientos conocidos previamente, se puede empobrecer mercurio hasta el intervalo de ppb más inferior.

## ES 2 263 070 T5

### REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de disoluciones impurificadas con mercurio mediante destilación, **caracterizado** porque

la disolución es un hidróxido alcalino con agua como disolvente,

10 la disolución impurificada con mercurio se filtra en primer lugar a través de carbón, y a continuación a través de material fibroso inerte, y a continuación se introduce en una columna de destilación por encima de la cola de la columna,

además de la disolución impurificada con mercurio se introduce aún disolvente adicional en la columna,

15 se introduce en la columna disolución impurificada con mercurio y disolvente adicional en una proporción volumétrica en el intervalo de 30 : 1 a 1 : 3, y

se introduce en la cabeza de la columna disolución impurificada con mercurio,

20 se separa por destilación agua, y se extrae en la cola de la columna hidróxido alcalino empobrecido en mercurio.

25 2. Procedimiento para la eliminación de mercurio a partir de disoluciones impurificadas con mercurio mediante destilación, **caracterizado** porque

la disolución es una disolución alcohólica de alcoholato alcalino con alcohol como disolvente,

30 la disolución impurificada con mercurio se filtra en primer lugar a través de carbón, y a continuación a través de material fibroso inerte, y a continuación se introduce en una columna de destilación por encima de la cola de la columna,

además de la disolución impurificada con mercurio se introduce aún disolvente adicional en la columna,

35 se introduce en la columna disolución impurificada con mercurio y disolvente adicional en una proporción volumétrica en el intervalo de 30 : 1 a 1 : 3, y

se introduce en la cabeza de la columna disolución impurificada con mercurio,

40 se separa por destilación alcohol, y se extrae en la cola de la columna disolución alcohólica de alcoholato alcalino empobrecida en mercurio.

45

50

55

60

65