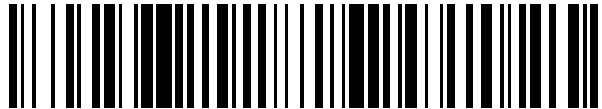


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 409 083**

21 Número de solicitud: 201230331

51 Int. Cl.:

C01D 7/10 (2006.01)

C01D 7/12 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

22 Fecha de presentación:

05.03.2012

30 Prioridad:

20.12.2011 US 61/578162

43 Fecha de publicación de la solicitud:

24.06.2013

Fecha de la concesión:

17.12.2013

45 Fecha de publicación de la concesión:

26.12.2013

73 Titular/es:

**SOLVAY SA (100.0%)
33, rue du Prince Albert
B-1050 Brussels BE**

72 Inventor/es:

**WALRAVENS, Hugo;
ALLEN, Kurt;
CHAU, Thoi-dai y
VANDENDOREN, Alain**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR BICARBONATO SÓDICO.**

ES 2 409 083 B2

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 409 083**

21 Número de solicitud: 201230331

57 Resúmen:

Un procedimiento para producir bicarbonato sódico a partir de una corriente que lleva carbonato sódico (A) que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración $C_i(A)$, que comprende las siguientes etapas: a) mezclar la corriente que lleva carbonato sódico (A) con al menos una parte de una corriente (B) para producir una corriente (C), b) bicarbonatar la corriente (C) con un gas (D) que comprende CO_2 para producir una suspensión acuosa (E) que comprende cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico, c) separar por una parte la suspensión acuosa (E) con el fin de obtener cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico, y por otra parte unas aguas madre acuosas (G), d) desbicarbonatar parcialmente al menos parte de las aguas madre acuosas (G) y separar parte del agua de la al menos parte de las aguas madre (G) para obtener la corriente (B) con al menos una impureza de sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración $C_f(B)$ y un gas opcional (H), e) reciclar al menos una parte de la corriente (B) a la etapa a) de modo que la relación de las concentraciones $C_f(B)/C_i(A)$ de la al menos una impureza de sal soluble en agua de metal alcalino sea al menos 1,4, ventajosamente al menos 2, más ventajosamente al menos 4, e incluso más ventajosamente 7, y f) separar el resto (I) de la corriente (B) o el resto (J) de las aguas madre (G) para ser más procesadas.

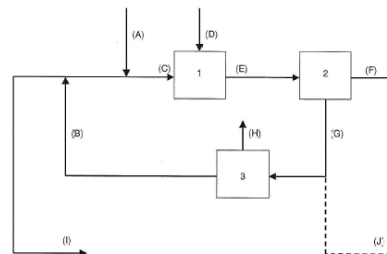


Fig. 1

ES 2 409 083 B2

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir bicarbonato sódico.

CAMPO DE LA INVENCIÓN

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para producir bicarbonato sódico a partir de una corriente que lleva carbonato sódico que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble de metal alcalino, a la vez que se minimiza el volumen de purga final necesario para producir el bicarbonato sódico y también se minimiza la pérdida de sodio alcalino asociado con la purga.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

- 10 El bicarbonato sódico (NaHCO_3) es un compuesto alcalino suave con una amplia variedad de aplicaciones que incluyen usos en alimentos humanos, alimentación para animales, tratamiento de gases de escape e industrias químicas. La producción mundial de bicarbonato sódico en 2008 se calculó en 2,8 millones de toneladas. La mayor parte de su producción deriva del carbonato sódico natural y sintético (Na_2CO_3). La producción de bicarbonato sódico se hace principalmente por la carbonatación de una disolución acuosa de carbonato sódico con CO_2 gaseoso. La disolución acuosa de carbonato sódico puede venir de carbonato sódico purificado disuelto en agua, o de una suspensión parcialmente descarbonatada de bicarbonato sódico bruto del procedimiento Solvay, o de una disolución de carbonato sódico obtenida de un cristalizador de carbonato sódico alimentado con disoluciones que derivan de los minerales trona o nacolita.

- 15 Cuando el bicarbonato sódico se hace a partir de carbonato sódico sólido refinado, el contenido en impurezas del carbonato sódico, tales como sales de metales alcalinos solubles en agua, es suficientemente bajo de modo que esas impurezas se pueden extraer de forma eficaz del procedimiento del bicarbonato sódico con el bicarbonato sódico final producido. Por lo tanto, no es necesaria la purga específica de dichas impurezas en el correspondiente procedimiento del bicarbonato sódico.

- 20 También, cuando el bicarbonato sódico se hace a partir de corrientes de carbonato sódico, sea a partir de ceniza de sosa sintética (procedimientos Solvay o Hou derivado) o a partir de ceniza de sosa natural (procedimientos relacionados con la trona o nacolita) esas corrientes de carbonato sódico contienen niveles mayores de impurezas solubles y es necesaria una purga para controlar el nivel de impurezas en el procedimiento del bicarbonato sódico. Esta purga en general es alta y se retroalimenta al correspondiente procedimiento de carbonato sódico o se envía a balsas de depósito de gran volumen tal como en los procedimientos descritos en los documentos US7507388 o US2009/0291038 o US2011/112298.

- 25 Aparte del bicarbonato sódico, el carbonato sódico, llamado también ceniza de sosa, es un producto básico de álcali de gran volumen con una producción total en 2008 de 48 millones de toneladas en el mundo, que tiene un uso principal en el vidrio, productos químicos, industrias de detergentes y también en la industria de producción del bicarbonato sódico. Los procedimientos principales para la producción de carbonato sódico son el procedimiento sintético de amoníaco Solvay, el procedimiento de cloruro amónico (procedimiento Hou) derivado del procedimiento Solvay y los procedimientos basados en trona.

- 30 La trona es un mineral que contiene hasta 99% de sesquicarbonato sódico ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). La ceniza de sosa basada en trona se obtiene de depósitos del mineral trona en Green River (Wyoming), Turquía, China y Kenia, ya sea por técnicas de minería subterránea convencionales, por minería por disolución o procesamiento de aguas de lago. El carbonato sódico basado en trona de Wyoming comprende aproximadamente 90% de la producción total de ceniza de sosa de EE.UU.

Un análisis típico del mineral trona en Green River es el siguiente:

TABLA 1

| Constituyente | Porcentaje en peso |
|-------------------------------------------------------|--------------------|
| Na_2CO_3 | 43,6 |
| NaHCO_3 | 34,5 |
| H_2O (cristalina y exenta de humedad) | 15,4 |
| NaCl | 0,01 |
| Na_2SO_4 | 0,01 |
| Fe_2O_3 | 0,14 |
| Compuestos insolubles | 6,3 |
| Compuestos orgánicos | 0,3 |

Los depósitos de trona contienen diversas impurezas muy solubles tales como haluros de metales alcalinos (cloruro sódico, cloruro potásico, fluoruro sódico,...), sulfatos de metales alcalinos (sulfato sódico, sulfato potásico,...), nitrato de metal alcalino (sulfato sódico, sulfato potásico,...), borato de metal alcalino, fosfatos de metal alcalino, etc. Estas impurezas muy solubles están en diferentes proporciones de acuerdo con la localización geográfica de los depósitos. En particular, el cloruro sódico y el sulfato sódico pueden representar varios tantos por ciento o varias decenas de tantos por ciento del mineral trona de acuerdo con la localización geográfica.

Los depósitos de trona también incluyen minerales poco solubles o impurezas orgánicas. Los ejemplos de minerales poco solubles son: silicatos, aluminatos, titanatos, vanadatos de metal alcalino y metal alcalinotérreo, compuestos metálicos y sales. Las impurezas orgánicas vienen de sedimentos orgánicos que fueron capturados durante la formación de los depósitos y que con frecuencia han formado esquistos bituminosos durante el envejecimiento geológico. Las impurezas solubles tanto minerales como orgánicas también se pueden haber generado parcialmente durante el procesamiento de la trona en la mina o en las operaciones de superficie. En particular los tratamientos térmicos, tales como la calcinación, en general amplifican la cantidad de algunas impurezas solubles tales como los silicatos sódicos y las sales sódicas de compuestos orgánicos por la saponificación térmica.

Otras impurezas minerales "insolubles" o muy poco solubles en agua encontradas en la trona o adyacentes a depósitos de trona son en general mezclas de diferentes minerales, de los cuales los más frecuentes son la calcita, dolomita, pirsonita, zeolita, feldespato, minerales arcillosos, silicatos de hierro/aluminio y sulfato de calcio.

Se usan dos técnicas principales bien conocidas en la materia para recuperar el mineral trona de los depósitos de mineral trona. La primera técnica es una técnica de minería mecánica, llamada también minería convencional, tal como una operación de paneles de cámaras y pilares o una operación de tajos largos. La segunda técnica es una recuperación por minería por disolución en la que la trona se disuelve con agua y se recupera en forma de una disolución.

Entre las diferentes formas en las que se puede recuperar el carbonato sódico del mineral trona que contiene otras sales e impurezas, la más ampliamente practicada es el llamado "procedimiento del monohidrato". En este procedimiento un mineral trona extraído de la mina se tritura, después se calcina en carbonato sódico bruto, después se lixivia con agua, la disolución de agua resultante se purifica y se alimenta a un cristizador en el que cristalizan cristales de carbonato sódico monohidrato puro. Los cristales de monohidrato se separan de las aguas madre y después se secan en carbonato sódico anhidro. La mayor parte de las aguas madre se reciclan al cristizador. Sin embargo, las impurezas solubles contenidas en el mineral trona tienden a acumularse en el cristizador. Para evitar la acumulación de impurezas, las aguas madre deben purgarse. El líquido de purga, que representa cantidades importantes para las instalaciones industriales de monohidrato, normalmente se envía a una balsa de evaporación, llamada también balsa de residuos. Por consiguiente, la cantidad significativa de álcali contenida en el líquido de purga se pierde. Además, el almacenamiento de grandes cantidades de líquidos de purga en balsas de evaporación aumenta los problemas medioambientales, debido a la escasa disponibilidad de nuevas zonas para el almacenamiento.

Las variantes para producir carbonato sódico a partir del mineral trona, en particular cuando se usa la minería por disolución, son:

- cristalizar sesquicarbonato (sesqui) sódico refinado después de evaporar el agua, y después calcinar el sesqui sódico en ceniza de sosa;

- o alternativamente descomponer térmicamente (con vapor) o calcinar químicamente (con sosa cáustica) el bicarbonato sódico disuelto para transformarlo en carbonato sódico disuelto, y después evaporar el agua con el fin de cristalizar el carbonato sódico monohidrato puro.

En esas variantes, las impurezas solubles contenidas en el mineral trona, tienden a acumularse también en los cristizadores del sesqui o del monohidrato. Para evitar la acumulación de impurezas, las aguas madre también deben purgarse, planteando los mismos problemas medioambientales en las balsas de evaporación que el procedimiento del monohidrato.

Se han propuesto varias alternativas técnicas para reducir el volumen de purga de las instalaciones de ceniza de sosa.

El documento US2003/0143149 describe un procedimiento para recuperar los compuestos químicos basados en sodio de corrientes de carbonato sódico tales como purgas y corrientes de residuos, usando un cristizador de carbonato sódico decahidrato, a partir del cual se recupera el decahidrato purificado y se recicla al cristizador de monohidrato y se desecha una purga concentrada en impurezas tales como sulfato sódico. Aunque el factor de reducción de la purga de este procedimiento está limitado porque cuando se alcanzan concentraciones altas de impurezas, el carbonato sódico y sulfato sódico forman sales mixtas decahidratadas. Y si se reciclan cantidades grandes de sulfato sódico al cristizador de carbonato monohidrato, generan cristales de burkeita ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 2\text{Na}_2\text{SO}_4$) que son perjudiciales para la calidad del carbonato sódico monohidrato.

El documento US2004/0057892 describe un procedimiento para producir carbonato y bicarbonato sódico, según el cual se introduce un líquido de purga procedente de un cristizador de carbonato sódico monohidrato en un

crystalizador de carbonato sódico decahidrato y los cristales de decahidrato purificados se convierten en bicarbonato sódico. Se ha observado que este procedimiento no es eficaz cuando el líquido de purga, dependiendo de la fuente de la trona, contiene niveles altos de impurezas. Los niveles altos de cloruro sódico en el líquido de purga previenen la cristalización suave del carbonato sódico decahidrato.

- 5 El documento US2926995 describe un procedimiento para producir cristales de bicarbonato sódico a partir de disoluciones de carbonato sódico que contienen cloruro sódico de celdas electrolíticas de sosa cáustica-cloro.

El documento US7507388 describe un procedimiento para producir carbonato y bicarbonato sódico, a partir de una disolución previamente purificada que comprende bicarbonato que primero se descarboniza parcialmente y después se usa tanto en una línea de bicarbonato sódico como en una línea de carbonato sódico monohidrato. La corriente de purga del cristalizador de carbonato sódico monohidrato se envía a una línea mixta de carbonato sódico decahidrato y sesquicarbonato sódico en la que el filtrado resultante se descarta como la purga final del procedimiento, o se envía después de dilución a una línea de ceniza de sosa ligera que comprende una etapa intermedia de carbonatación del bicarbonato sódico, el bicarbonato se separa del filtrado, y este filtrado también se descarta como una purga final. Las cantidades totales de purgas generadas que se enseñan son muy altas (1,28 t de purgas por tonelada de ceniza de sosa densa) y corresponden de 6 a 15 por ciento en peso del carbonato sódico purgado por tonelada de ceniza de sosa densa producida.

El documento US2009/0291038 (Solvay) describe un procedimiento para la producción conjunta de cristales de carbonato sódico y bicarbonato sódico, según el cual un polvo sólido obtenido de sesquicarbonato sódico tal como trona calcinada, se disuelve en agua, la disolución en agua resultante se introduce en un cristalizador, en el que se producen cristales de carbonato sódico y unas aguas madre, parte de las aguas madre se sacan del cristalizador (purga del cristalizador de carbonato sódico) y se carbonizan (carbonatan) para producir cristales de bicarbonato sódico valiosos y unas segundas aguas madre, y las segundas aguas madre opcionalmente se descarbonizan (desbicarbonatan) y después se envían a una balsa de almacenamiento. En este documento, se enseña que las aguas madre usadas para la cristalización del bicarbonato sódico deben contener preferiblemente al menos 175 g/kg de carbonato sódico y como máximo 60 g/kg de cloruro sódico, y como máximo 20 g/kg de sulfato sódico. Por consiguiente, el nivel de purga del álcali (carbonato o bicarbonato) sódico enviado a una balsa se reduce comparado con un tratamiento de la purga del decahidrato, pero todavía es importante y representa volúmenes importantes enviados a las balsas. Además, la purga final rica en bicarbonato sódico forma en las balsas de evaporación un sólido que es más duro y menos fácil de recoger y reciclar a la instalación de ceniza de sosa, ya que comprende menos cristales de carbonato sódico decahidrato fáciles de fundir y más cristales de sesquicarbonato y bicarbonato sódico duros que no funden.

El documento US2011/112298 describe un método para prolongar la vida de las balsas de residuos producidas por las corrientes de purga que contienen carbonato sódico, en el que la corriente de purga se trata con dióxido de carbono gaseoso, similar al procedimiento del documento US2009/0291038, para producir bicarbonato sódico o sesquicarbonato sódico antes de introducirla en la balsa. El bicarbonato sódico producido se puede recuperar antes de introducir la corriente de purga tratada en las balsas de residuos o se puede recuperar después de su deposición en la balsa. El documento guarda silencio sobre la valoración adicional de la purga acuosa obtenida cuando se recupera el bicarbonato sódico. Además, como en el procedimiento descrito en el documento US2009/0291038, la purga final rica en bicarbonato sódico forma en las balsas de evaporación un sólido que es más duro y menos fácil de recoger y reciclar a la instalación de ceniza de sosa puesto que comprende menos cristales de carbonato sódico decahidrato fáciles de fundir y más cristales de sesquicarbonato y bicarbonato sódico duros que no funden.

Por lo tanto, todavía es necesario en la industria del bicarbonato y carbonato sódico, teniendo en cuenta el desarrollo sostenible, poder reducir más el volumen de purga y reducir la pérdida de álcali, de una forma sencilla sin condiciones de operación que obstaculicen los procedimientos conectados.

45 RESUMEN DE LA INVENCION

Por consiguiente, la invención se refiere a un procedimiento para producir bicarbonato sódico a partir de una corriente que lleva carbonato sódico (A) que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración $C_i(A)$, que comprende las siguientes etapas

- 50 a) mezclar la corriente que lleva carbonato sódico (A) con al menos parte de una corriente (B) para producir una corriente (C),
- b) bicarbonatar la corriente (C) con un gas (D) que comprende CO_2 para producir una suspensión acuosa (E) que comprende cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico,
- c) separar por una parte la suspensión acuosa (E) con el fin de obtener cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico, y por otra parte unas aguas madre acuosas (G),
- 55 d) desbicarbonatar parcialmente al menos parte de las aguas madre acuosas (G) y separar parte del agua de al menos parte de las aguas madre (G) para obtener la corriente (B) con al menos una impureza de sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración $C_i(B)$ y un gas opcional (H),

e) reciclar al menos una parte de la corriente (B) a la etapa a) de modo que la relación de las concentraciones $C_{(B)}/C_{(A)}$ de al menos una impureza de sal soluble en agua de metal alcalino sea al menos 1,4, ventajosamente al menos 2, más ventajosamente al menos 4, e incluso más ventajosamente 7, y

f) separar el resto (I) de la corriente (B) o el resto (J) de las aguas madre (G) para ser más procesados.

- 5 Una primera ventaja de la presente invención es que reduce considerablemente la cantidad de pérdida de álcali en la purga de un procedimiento de bicarbonato sódico o de un procedimiento de carbonato sódico de una forma muy fácil y barata.

Una segunda ventaja de la presente invención es que es eficaz en un amplio espectro de impurezas solubles y un amplio intervalo de concentraciones de las impurezas.

- 10 Una tercera ventaja del procedimiento de la presente invención conectada con la segunda ventaja, es que permite el uso de corrientes de carbonato sódico de procedimientos de carbonato sódico sintético o de procedimientos de carbonato sódico natural.

- 15 Una cuarta ventaja de la presente invención es que el bicarbonato sódico técnico obtenido contiene menos impurezas solubles en agua que el carbonato sódico que se habría producido en condiciones equivalentes de concentración de impurezas solubles en agua.

Una quinta ventaja de la presente invención conectada también con la segunda ventaja, es que permite explotar uno o varios depósitos de trona con diferentes niveles de impurezas solubles a la vez que pueden tratar los diferentes niveles de purgas de una instalación de ceniza de sosa o de bicarbonato sódico, con el mismo procedimiento descrito en la presente invención.

- 20 Una sexta ventaja de la presente invención, es que permite enviar una purga final (I) a balsas de residuos que tiene menor contenido de bicarbonato sódico y es más fácil de recuperar y fundir, ya que forma más cristales de decahidrato blandos y menos cristales de sesquicarbonato sódico duros, y por lo tanto es más fácil de reciclar a instalaciones de ceniza de sosa, si es necesario.

- 25 Una séptima ventaja de la presente invención es que permite minimizar el flujo de purga preparando el procedimiento para la cocción en seco de la purga o para balsas de evaporación muy pequeñas o para la reinyección de la purga en cavidades de extracción del mineral.

- 30 Una octava ventaja de la presente invención es que permite eliminar una purga final, de un procedimiento de ceniza de sosa o un procedimiento de bicarbonato sódico, de menor contenido de sodio alcalino y rica en sales naturales tales como el cloruro o sulfato sódico, que pueden proceder originalmente del mar y se pueden reciclar devolviéndolas al mar después de dilución.

Una novena ventaja de la presente invención es que disminuye el tamaño de los equipamientos y de la correspondiente inversión, y el coste de procesamiento de un procedimiento adicional de la corriente concentrada (I) (o corriente (L) o corriente (J)) dirigido a separar y a valorizar o desechar parte de las impurezas concentradas.

- 35 Una décima ventaja de la presente invención es que permite reducir el consumo de agua para la producción de la ceniza de sosa y/o la producción de bicarbonato sódico, al recuperarla como condensados de los evaporadores para reciclarla a una lixiviación de trona calcinada o a una extracción de la trona por disolución.

Una decimoprimerá ventaja de la presente invención es que permite aumentar la producción de bicarbonato sódico técnico valioso a partir de corrientes alcalinas sódicas que comprenden impurezas.

- 40 Una decimosegunda ventaja de la presente invención es que el bicarbonato sódico técnico obtenido es adecuado para usos específicos tales como la mitigación de gases de escape a pesar de una alta concentración de impurezas.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Figura 1: es un diagrama de flujo que ilustra de forma esquemática el procedimiento de la presente invención.

Figura 2: es un diagrama de flujo de un procedimiento de acuerdo con una realización de la presente invención.

- 45 Las cifras y letras de referencia citadas a continuación se refieren a los dibujos adjuntos.

DEFINICIONES

Para los propósitos de la presente descripción, se pretende que determinados términos tengan los siguientes significados.

- 50 El término "purga" se refiere a una corriente extraída de una parte de un procedimiento para limitar la concentración de impureza en este procedimiento.

El término "impureza" se refiere a un compuesto diferente del carbonato sódico y/o bicarbonato sódico que se va a producir.

El término "solubilidad" se refiere a la solubilidad en agua de un compuesto en una disolución acuosa.

5 El término "carbonatar" se refiere a la acción de aumentar la cantidad total de carbonato (carbonato y bicarbonato) de una corriente.

El término "descarbonatar" se refiere a la acción de disminuir la cantidad total de carbonato (carbonato y bicarbonato) de una corriente.

El término "bicarbonatar" se refiere a la acción de aumentar la cantidad de bicarbonato de una corriente.

El término "desbicarbonatar" se refiere a la acción de disminuir la cantidad de bicarbonato de una corriente.

10 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir bicarbonato sódico a partir de una corriente que lleva carbonato sódico (A) que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración $C_i(A)$, que comprende las siguientes etapas:

15 a) mezclar la corriente que lleva carbonato sódico (A) con al menos parte de una corriente (B) para producir una corriente (C),

b) bicarbonatar la corriente (C) con un gas (D) que comprende CO_2 para producir una suspensión acuosa (E) que comprende cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico,

c) separar por una parte la suspensión acuosa (E) con el fin de obtener cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico, y por otra parte unas aguas madre acuosas (G),

20 d) desbicarbonatar parcialmente al menos parte de las aguas madre acuosas (G) y separar parte del agua de la al menos parte de las aguas madre (G) para obtener la corriente (B) con al menos una impureza de sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración $C_i(B)$ y un gas opcional (H),

25 e) reciclar al menos una parte de la corriente (B) a la etapa a) de modo que la relación de las concentraciones $C_i(B)/C_i(A)$ de la al menos una impureza de sal soluble en agua de metal alcalino sea al menos 1,4, ventajosamente al menos 2, más ventajosamente al menos 4, e incluso más ventajosamente 7,

f) separar el resto (I) de la corriente (B) o el resto (J) de las aguas madre (G) para ser más procesados.

30 En la presente invención, la al menos una impureza que consiste en una sal soluble de metal alcalino en general es una sal inorgánica soluble en agua seleccionada del grupo que consiste en: fluoruro sódico, cloruro sódico, bromuro sódico, yoduro sódico, cloruro potásico, sulfito sódico, sulfato sódico, sulfato potásico, selenato sódico, nitrito sódico, nitrato sódico, hipoclorito sódico, clorito sódico, fosfato sódico, aluminato sódico, borato sódico, silicato sódico, titanato sódico, vanadato sódico, y combinaciones de las mismas. Ventajosamente, la sal soluble en agua de metal alcalino es una sal sódica o potásica soluble en agua, más ventajosamente una sal sódica soluble en agua.

35 En una realización de la presente invención la al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino es cloruro sódico (NaCl). En particular, el procedimiento ha demostrado ser eficaz incluso con concentraciones altas de cloruro sódico de varias decenas de gramos de NaCl por kg de corriente (B). Ventajosamente, la concentración $C_i(B)$ de cloruro sódico es ventajosamente al menos 130 g/kg, más ventajosamente al menos 150 g/kg, todavía más ventajosamente al menos 170 g/kg. La concentración $C_i(B)$ de cloruro sódico (NaCl) en general es como máximo, 300 g/kg, preferiblemente como máximo 260 g/kg, más preferiblemente como máximo 220 g/kg, todavía más preferiblemente como máximo 180 g/kg.

40 En otra realización de la presente invención, la al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino es sulfato sódico (Na_2SO_4). En este caso, la concentración $C_i(B)$ de sulfato sódico es en general al menos 20 g/kg, ventajosamente al menos 40 g/kg, más ventajosamente al menos 80 g/kg, preferiblemente al menos 120 g/kg. La concentración $C_i(B)$ de sulfato sódico en general es como máximo, 200 g/kg, preferiblemente como máximo 180 g/kg, más preferiblemente como máximo 160 g/kg.

45 La corriente (A) puede comprender también al menos otra impureza seleccionada del grupo de sales parcialmente solubles en agua de: aluminio (Al), plata (Ag), arsénico (As), bismuto (Bi), cadmio (Cd), cobalto (Co), cromo (Cr), cobre (Cu), hierro (Fe), mercurio (Hg), molibdeno (Mo), manganeso (Mn), níquel (Ni), plomo (Pb), antimonio (Sb), estaño (Sn), titanio (Ti), telurio (Tl), cinc (Zn), vanadio (V) y combinaciones de los mismos. La concentración en peso en la corriente (A) de los correspondientes elementos citados antes está en general en el intervalo entre 1 ppb (parte por billón) a 1000 ppm (partes por millón) del elemento con respecto al peso de la corriente (A). Y las concentraciones son más a menudo entre 0,1 y 100 ppm. Dichas impurezas de sales parcialmente solubles en agua de los elementos listados antes, en general son: sales de carbonato, o bicarbonato, o hidróxido, o cloruro, o sulfato, o nitrato, o fosfato o aluminato o silicato, de los correspondientes elementos.

- Además, el procedimiento de la presente invención reivindicada también ha mostrado ser eficaz con sales solubles de metales alcalinos de compuestos orgánicos, en particular con sales solubles de metal alcalino de compuestos orgánicos kerógenos (los compuestos orgánicos en esquistos bituminosos se llaman kerógeno). Cuando los compuestos orgánicos kerógenos comprenden ácidos mono o di o multi-carboxílicos, la solubilidad de dichos compuestos orgánicos aumenta y puede ser desde unas decenas de ppm en peso hasta varios miles de ppm. Por lo tanto, en una realización del presente procedimiento, la al menos una impureza que consiste en una sal soluble de metal alcalino es una sal orgánica de metal alcalino soluble. Los grupos alcohol, cetona y aldehído también son favorables para una mayor solubilidad de los correspondientes compuestos orgánicos en una corriente acuosa de carbonato sódico.
- 5 La corriente que lleva carbonato sódico (A) puede ser cualquier corriente compuesta por un sólido, una suspensión de un sólido en una disolución acuosa o una disolución acuosa, que comprende carbonato sódico, y es adecuada para alimentar un cristalizador de bicarbonato sódico.
- 10 En una primera variante del presente procedimiento, la corriente que lleva carbonato sódico (A) deriva parcial o totalmente de un bicarbonato sódico bruto de un procedimiento de ceniza de sosa sintética, tal como el procedimiento sintético de amoníaco Solvay o el procedimiento de cloruro amónico Hou. Ventajosamente, la corriente que lleva carbonato sódico (A) en una disolución acuosa que deriva parcial o totalmente de una suspensión parcialmente descarbonatada de bicarbonato sódico bruto del procedimiento sintético de amoníaco Solvay o el procedimiento de cloruro amónico Hou.
- 15 En una segunda variante del presente procedimiento, la corriente que lleva carbonato sódico (A) deriva parcial o totalmente de trona o nacolita. Preferiblemente, la corriente que lleva carbonato sódico (A) deriva parcial o totalmente de trona. En la presente invención la trona en general se procesa mediante minería convencional. Ventajosamente, la trona también se puede procesar por minería por disolución. Realmente, cuando la trona se procesa por minería por disolución, pueden aumentar las sales de metal alcalino solubles en agua debido a la percolación de agua a capas de mineral adyacentes que pueden contener minerales solubles en agua. En general, dichos minerales solubles en agua comprenden, en particular, haluros de metales alcalinos (fluoruros, cloruros, bromuros, yoduros), sales de sulfatos, boratos, fosfatos, aluminatos, silicatos, titanatos, vanadatos, solubles en agua. Esto hace que la presente invención esté particularmente adaptada a la producción de bicarbonato sódico técnico a partir de trona procesada por minería por disolución.
- 20 La corriente que lleva carbonato sódico (A) también puede derivar parcial o totalmente de sólidos de balsas de residuos que comprenden carbonato sódico. Esto también puede ser particularmente ventajoso si los sólidos de las balsas de residuos considerados son ricos en silicatos y compuestos orgánicos, ya que los cristales de bicarbonato sódico formados en la etapa b) cogerán la mayor parte de la sílice y parte de los compuestos orgánicos presentes en la corriente (C), y esto mejora la fluidez de los cristales (F).
- 25 En una realización ventajosa de la primera o de la segunda variante del presente procedimiento, la corriente que lleva carbonato sódico (A) es una disolución acuosa (A') que comprende carbonato sódico.
- 30 En una realización particular de la primera o la segunda variante del presente procedimiento, la corriente (A) se saca de un cristalizador de carbonato sódico. En la presente invención, el cristalizador de carbonato sódico significa un cristalizador en el que se generan cristales comprenden carbonato sódico. El cristalizador de carbonato sódico se selecciona del grupo que consiste en: un cristalizador de carbonato sódico anhidro, un cristalizador de carbonato sódico monohidrato, un cristalizador de carbonato sódico heptahidrato, un cristalizador de carbonato sódico decahidrato, un cristalizador de sesquicarbonato sódico, un cristalizador de wegscheiderita ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{NaHCO}_3$ llamado también decemita), y una combinación de los mismos. Ventajosamente, la corriente (A) es una disolución acuosa (A') sacada de un cristalizador de carbonato sódico. Más ventajosamente, la disolución acuosa (A') es una purga de un cristalizador de carbonato sódico monohidrato.
- 35 Por lo tanto, la presente invención se refiere también a un procedimiento para la producción conjunta de cristales de carbonato y bicarbonato sódico, que comprende en una primera etapa introducir una disolución de carbonato sódico que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino en un cristalizador de carbonato sódico, producir una primera suspensión acuosa que comprende cristales de carbonato sódico, someter la primera suspensión acuosa a una separación, con el fin de obtener por una parte cristales que comprenden carbonato sódico, que son valorados, y por otra parte unas aguas madre, parte de las aguas madre se sacan del cristalizador de carbonato sódico para constituir la corriente que lleva carbonato sódico (A) para ser más procesada de acuerdo con el procedimiento para producir bicarbonato sódico del presente procedimiento.
- 40 En la realización particular anterior de la presente invención, el cristalizador de carbonato sódico se alimenta ventajosamente con una disolución de carbonato sódico que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración C_0 , y la relación de concentraciones $C_i(B)/C_0$ de al menos una impureza es al menos 14, ventajosamente al menos 30, más ventajosamente al menos 60, e incluso más ventajosamente al menos 120.
- 45 En la presente invención, el cristalizador de carbonato sódico también puede ser un contenedor o una balsa de evaporación en la que se forman cristales que comprenden carbonato sódico.
- 50
- 55

En una realización especial de la segunda variante del presente procedimiento, la disolución acuosa (A') es una purga de un cristizador de carbonato sódico monohidrato en combinación con sólidos de balsa de residuos que derivan de purgas de cristizadores de carbonato sódico.

5 En otra realización especial de la segunda variante del presente procedimiento, el procedimiento de la presente invención se acopla con el procedimiento descrito en el documento WO2011/138005A1 (Solvay), que se incorpora en la presente memoria por referencia. En este caso, el procedimiento de la presente invención comprende además:

10 k) depositar el resto (I) de la corriente (B) en una balsa de residuos y en el que parte del carbonato sódico que queda en la balsa de residuos cristaliza en una masa sólida que comprende carbonato sódico decahidrato y en el que se forma una disolución concentrada (Q) que comprende impurezas seleccionadas del grupo que consiste en silicatos, cloruro sódico, sulfato sódico, materia orgánica, y combinaciones de dos o más de los mismos,

15 l) opcionalmente poner en contacto dicha masa sólida con una disolución de lixiviación para disolver selectivamente al menos una parte de una primera impureza de la masa con la que se ha puesto en contacto, en la disolución de lixiviación para formar un lixiviado y un residuo de lixiviación, recoger el residuo de lixiviación, disolver al menos una parte del residuo de lixiviación en un medio acuoso para formar un líquido; opcionalmente llevar a cabo una segunda etapa de eliminación de impurezas que comprende llevar a cabo un tratamiento con magnesio para formar un líquido tratado, comprendiendo dicho tratamiento añadir un compuesto de magnesio durante la disolución del residuo de lixiviación o añadir un compuesto de magnesio a dicho líquido o a una parte del mismo después de la disolución del residuo de lixiviación con el fin de formar una materia insoluble en agua con al menos una parte de una segunda impureza, y pasar dicho líquido tratado por al menos una unidad de separación para separar la materia insoluble en agua y obtener una disolución purificada;

20 m) proporcionar dicha masa sólida o dicho líquido o dicha disolución purificada como una materia prima a un procedimiento que produce un producto cristalino que comprende carbonato sódico, bicarbonato sódico, sulfato sódico, u otros derivados.

25 El resto (I) de la corriente (B) o parte (L) (como se define en la realización de la figura 2), o parte (J) de las aguas madre (G) se concentra en sales solubles y otras impurezas presentes en la corriente que lleva carbonato sódico (A). Por lo tanto, en otra variante de la presente invención, el procedimiento comprende además las siguientes etapas:

30 n) desechar el resto (I) de la corriente (B) o parte (J) de las aguas madre (G) o parte (L) del líquido (K) en una cavidad de minería por disolución o una cavidad de extracción de la mina o en una inyección en pozos profundos, o

35 o) reciclar el resto (I) de la corriente (B) o parte (J) de las aguas madre (G) o parte (L) del líquido (K) a una cavidad de minería por disolución o una cavidad de extracción de la mina, y recuperar una disolución acuosa de carbonato sódico de la cavidad de minería o de la cavidad de extracción, en el que la disolución acuosa de carbonato sódico recuperada comprende cloruro sódico y/o sulfato sódico con una concentración del cloruro sódico y/o sulfato sódico menor que la concentración de cloruro sódico y/o la concentración de sulfato sódico en el resto (I) o la parte (J) o la parte (L).

40 Las etapas n) u o) son particularmente ventajosas cuando la corriente que lleva carbonato sódico (A) deriva parcial o totalmente de trona o nacolita, ya que permite reciclar las sales solubles que estaban presentes originalmente en el mineral dentro de la cavidad de la mina, la mina o el pozo profundo. Además, el pH de las purgas finales se puede controlar de acuerdo con el contenido de bicarbonato sódico, ya que el bicarbonato sódico es un tampón del pH natural. Por lo tanto, el volumen que se recicla en dicha cavidad o mina, o pozo profundo, es mucho menor comparado con el volumen del mineral original extraído de la cavidad o de la mina, o del pozo profundo.

45 En general, la corriente que lleva carbonato sódico (A) comprende al menos 15% en peso de carbonato sódico expresado como sales secas solubles. Ventajosamente, la corriente (A) comprende al menos: 20, más ventajosamente 24% en peso de carbonato sódico expresado como sales secas solubles.

La corriente (A) se selecciona ventajosamente del grupo de corrientes de reciclado y purga de cristizadores de carbonato o sesquicarbonato sódico, corrientes de agua de la mina, corrientes acuosas salinas de balsas de evaporación, depósitos de agua y carbonato sódico decahidrato, otras corrientes residuales, y combinaciones de las mismas.

50 La corriente (A) comprende en general como máximo: 98, ventajosamente 95, más ventajosamente 85% en peso de carbonato sódico expresado como sales secas solubles. Cuando la corriente que lleva carbonato sódico (A) es una suspensión de un sólido en una disolución acuosa, o una disolución acuosa, comprende, en general como máximo: 99, ventajosamente 90, más ventajosamente 80% en peso agua. Esto permite limitar el número de reciclados en el ciclo del bicarbonato sódico de la presente invención.

55 Si la corriente de carbonato sódico deriva de una corriente de sólido, o es una suspensión acuosa, o una disolución acuosa concentrada en carbonato sódico, se puede añadir agua (N) a la corriente que lleva carbonato sódico (A) de modo que la combinación de la corriente (B) con la corriente (A) forma una corriente de alimentación (C) adecuada

para formar cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico cuando se bicarbonata. En particular, la cantidad de agua (N) se controla con el fin de limitar la densidad de la suspensión de cristales (F) en la suspensión acuosa (E) para que sea en general como máximo 60% en peso, ventajosamente como máximo 50% en peso, preferiblemente como máximo 40% en peso, más preferiblemente como máximo 35% en peso. La densidad de la suspensión de sólidos en una suspensión acuosa es la relación en peso de sólido con respecto a la suspensión acuosa.

En la presente invención, la corriente (A) comprende en general al menos 2%, ventajosamente al menos 3%, más ventajosamente al menos 4% en peso de cloruro sódico y/o sulfato sódico.

La corriente (A) puede contener un nivel alto de cloruro sódico y/o sulfato sódico. Sin embargo, ventajosamente la concentración de cloruro sódico y/o sulfato sódico en la corriente (A) debe limitarse a un valor máximo de modo que la corriente (G), correspondiente a las aguas madre del cristalizador de bicarbonato separadas en la etapa c), tenga una concentración como máximo de 26% en peso (260 g/kg) de cloruro sódico o 20% en peso (200 g/kg) de sulfato sódico, con el fin de evitar el límite de solubilidad del cloruro sódico y/o sulfato sódico en la corriente (G).

En el caso de que la corriente (A) comprenda tanto cloruro sódico como sulfato sódico, la concentración de estas dos impurezas en la corriente (G) indicada respectivamente $[NaCl](G)$ y $[Na_2SO_4](G)$ y expresada en g/kg, debe estar limitada ventajosamente de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$[NaCl](G)/1,3 + [Na_2SO_4](G) \leq 200 \text{ g/kg}$$

Además, cuando una concentración significativa de otras sales muy solubles con iones en común con los iones sodio o cloro o sulfato, se acumula en una proporción de al menos 5% en peso de la cantidad acumulada de cloruro sódico y sulfato sódico en la corriente (A), esas concentraciones de sales de impurezas deben añadirse a la suma de las concentraciones de cloruro sódico y sulfato sódico, y esta última suma debe mantenerse como máximo en 20% en peso en la corriente (G).

En la presente invención, las corrientes (I) o (J) (o (L)) se usan para controlar la concentración de sal soluble en agua de metal alcalino, tal como las concentraciones de cloruro sódico o sulfato sódico, en las aguas madre acuosas (G) durante la etapa de bicarbonatación b). Cuando el flujo de la corriente (I) o (J) (o (L)) aumenta, la concentración de la sal o sales de metal alcalino solubles en agua $C_i(G)$ en el ciclo del procedimiento disminuye, y viceversa. Esos flujos se puede ajustar de modo que a la concentración fijada objetivo de la sal soluble en agua de metal alcalino en las aguas madre acuosas (G), o en las corrientes (I) o (J) (o (L)), el flujo purgado de la sal soluble en agua de metal alcalino en las correspondientes corrientes (I) o (J) (o (L)) se iguala con el flujo que entra de la sal soluble en agua de metal alcalino que entra en el procedimiento (es decir, por las corrientes (A), (A'), (A'') y (A''')) menos el flujo de la sal soluble en agua de metal alcalino que sale del procedimiento con los cristales (F).

En general, cuando la corriente (A) es la purga acuosa de un cristalizador de monohidrato, la concentración de NaCl de la purga es como máximo 5% y la concentración de Na_2SO_4 de la purga es como máximo 7% en peso expresada en la disolución acuosa. Realmente, un cristalizador clásico de MVR (recompresión mecánica de vapor) no puede operar con niveles de NaCl significativamente mayores que 2-3% sin cristalización de carbonato sódico anhidro, lo cual produce dificultades operativas. El cristalizador evaporador de monohidrato de triple efecto se hace trabajar a temperaturas inferiores y puede aceptar concentraciones mayores de NaCl, de hasta 4-5% dependiendo de una serie de factores. Una concentración de Na_2SO_4 por encima de 3 a 7% induce la formación de cristales de burkeita ($Na_2CO_3 \cdot 2Na_2SO_4$) según la temperatura del cristalizador (entre 40° y 100°C).

La instalación de ceniza de sosa natural típica a partir de trona, tiene una concentración de alimentación de Na_2CO_3 en el líquido de 28 a 30%, una concentración de alimentación de NaCl de aproximadamente 0,2% y/o una concentración de alimentación de Na_2SO_4 de aproximadamente 0,05 a 0,2%, lo que significa que una instalación tradicional de la técnica anterior que comprende un cristalizador de carbonato sódico puede operar entre 10 y 20 ciclos de concentración. Este número de ciclos de concentraciones en general está cerca de la relación de la concentración final a la concentración de alimentación de la impureza soluble. Esto es lo que en último término dicta la pérdida de producto, los volúmenes de purga y el tamaño de las balsas y eliminación de residuos en una instalación de ceniza de sosa natural sin recuperación del álcali valioso. La presente invención permite aumentar de forma sensible el ciclo de concentraciones de 10 a 20 ciclos hasta 75 ciclos, e incluso de una forma más sencilla. Además, el presente procedimiento permite limitar el consumo de energía y costes relacionados respecto a la producción total de carbonato sódico, cuando la corriente de carbonato sódico (A) es una purga de un cristalizador de carbonato sódico, ya que la purga en general representa de 2 a 15% del flujo de carbonato sódico que entra en el cristalizador de carbonato sódico.

En la presente invención, la desbicarbonatación parcial de las aguas madre acuosas (G) y la separación de parte del agua en la etapa d) se puede hacer por cualquier medio conocido en la técnica. La desbicarbonatación parcial y separación de parte del agua se puede hacer en una etapa o en varias etapas. En general, la desbicarbonatación se hace por calcinación química usando sosa cáustica para transformar parte del bicarbonato sódico del líquido (G) en carbonato sódico, o se hace por desbicarbonatación térmica usando vapor o usando una caldera para descomponer térmicamente parte del bicarbonato sódico en carbonato sódico, agua y CO_2 . Se prefiere la desbicarbonatación térmica usando vapor o una caldera. La separación de parte del agua del líquido (G) se puede

hacer en un evaporador de capa fina, o en una caldera, o en un evaporador de circulación forzada, o en un cristizador evaporador de circulación forzada conocido en la técnica.

El procedimiento de la invención se ilustra en la figura 1 (fig. 1). La corriente que lleva carbonato sódico (A) se mezcla con parte de una corriente (B) para producir una corriente (C). La corriente (C) se bicarbonata con un gas (D) que comprende CO₂ en un dispositivo de carbonatación 1 para producir una suspensión acuosa (E) que comprende cristales (F), comprendiendo dichos cristales (F) cristales de bicarbonato sódico. La suspensión (E) se separa por una parte en cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico y por otra parte en unas aguas madre acuosas (G) con un dispositivo de separación 2. Las aguas madre acuosas (G) se desbicarbonatan parcialmente y parte del agua se separa para obtener la corriente (B) y un gas opcional (H) que comprende CO₂ en un desbicarbonatador 3. Por lo tanto, la corriente (B) está más concentrada en contenido de sal soluble en agua que la corriente (G). Al menos parte de la corriente (B) se recicla para formar la corriente (C) en combinación con la corriente (A). El resto (I) de la corriente (B) se separa del ciclo o se separa una parte (J) de las aguas madre acuosas (G) para ser más procesada.

La figura 2 es un diagrama de flujo de un procedimiento de acuerdo con una realización de la presente invención. En esta realización la desbicarbonatación y la separación de parte del agua de la corriente (G) se hace en dos etapas y los reciclados opcionales de agua y CO₂ gaseoso (H) se describen en líneas de trazos. En esta realización, la corriente que lleva carbonato sódico (A) se mezcla con agua opcional (N) para formar una disolución acuosa (A') que comprende carbonato sódico, y con una corriente (B) para producir una corriente (C). La corriente (C) se bicarbonata con un gas (D) que comprende CO₂ en un dispositivo de carbonatación 1 para producir una suspensión acuosa (E) que comprende cristales (F), comprendiendo dichos cristales (F) cristales de bicarbonato sódico. La suspensión (E) se separa por una parte en cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico y por otra parte en unas aguas madre acuosas (G), con un dispositivo de separación 2. Las aguas madre acuosas (G) se desbicarbonatan en un desbicarbonatador 3 para producir las aguas madre (K) que carecen o con reducción de bicarbonato sódico y un vapor (H) que comprende dióxido de carbono, y las aguas madre (K) se evaporan parcialmente para separar al menos parte del agua en un evaporador 4 para obtener la corriente (B) y el vapor de agua (P). La corriente (B) puede ser un líquido transparente o una suspensión. Opcionalmente parte o todo el vapor de agua (P) se puede reciclar al desbicarbonatador e inyectar directamente o después de recompresión del vapor o se puede reciclar al desbicarbonatador como calentamiento indirecto por una caldera. Al menos parte de la corriente concentrada (B) se recicla para formar la corriente (C) en combinación con la corriente (A). Se separa el resto (I) de la corriente (B), y/o se separa del ciclo una parte (J) de las aguas madre (G), y/o se separa del ciclo parte de las aguas madre (K), para ser más procesadas. Las corrientes (I), (J), (L) son realmente útiles para controlar la al menos una impureza que consiste en la concentración o concentraciones de una sal soluble en agua de metal alcalino en las aguas madre acuosas durante la etapa de bicarbonatación b) en el bicarbonatador 1.

En una variante de esta realización, se puede añadir una corriente que lleva carbonato sódico (A''), tal como aguas de la mina, o aguas de la balsa de residuos, o aguas diluidas, a unas aguas madre (K) que carecen o con reducción de bicarbonato sódico antes de evaporarla parcialmente para separar parte del agua para obtener la corriente concentrada (B). Esto puede ser ventajoso para evitar el límite de solubilidad del carbonato sódico y/o la sal soluble en agua de metal alcalino en el evaporador.

En otra variante de esta realización, si una corriente que lleva carbonato sódico (A'''), tal como aguas de la mina, o aguas de la balsa de residuos, o aguas diluidas, tiene un contenido de bicarbonato sódico, o un contenido de agua y un contenido de bicarbonato sódico, que hay que reducir antes de reciclarla al bicarbonatador, un punto adecuado para introducir esta corriente en el procedimiento es en el desbicarbonatador 3 con las aguas madre acuosas G.

Opcionalmente, en la realización ilustrada en la figura 2, el gas (H) se usa parcialmente para bicarbonatar la corriente (C) con el gas (D).

Realmente, el gas (H) comprende un contenido alto de CO₂ y el resto es principalmente vapor (vapor de agua) que se puede volver a usar en la etapa b) sin condensación de agua o con condensación de agua y separación del agua, antes de introducirlo en la corriente (D) para controlar el equilibrio de agua del presente procedimiento junto con las separaciones de agua de las corrientes (F), (I), (L), (J), (P), y las entradas de agua totales de las corrientes (A), (A'), (A''), (A''').

En el presente procedimiento, en la etapa b), el gas (D) es un gas que comprende al menos 20, ventajosamente 30, más ventajosamente 40, incluso más ventajosamente 80% en volumen de CO₂ expresado como el gas seco.

La etapa de bicarbonatación b) se opera a cualquier temperatura compatible con el dominio conocido del bicarbonato sódico. Preferiblemente, se trabaja a una temperatura de al menos 20°C, ventajosamente 38°C, más ventajosamente 55°C e incluso más ventajosamente 70°C.

Una temperatura demasiado alta puede ser perjudicial para la absorción de CO₂ cuando no se trabaja a una presión por encima de la presión atmosférica. Por lo tanto, en la etapa de bicarbonatación b) en general se trabaja a una temperatura como máximo de 100°C, ventajosamente 90°C, más ventajosamente 80°C, e incluso más ventajosamente 75°C.

En la presente invención, los cristales (F) obtenidos en la etapa b) comprenden cristales de bicarbonato sódico. Ventajosamente, el punto de funcionamiento (concentraciones en las aguas madre de bicarbonato sódico, de carbonato sódico y de la sal o sales de metal alcalino solubles en agua, tales como NaCl y Na₂SO₄) en la etapa de carbonatación, debe controlarse para que permanezca en el dominio del diagrama de solubilidad del bicarbonato sódico. Esto se logra suministrando suficiente CO₂ al bicarbonatador de modo que la concentración de carbonato sódico en las aguas madre (G) del bicarbonatador sea menor que el límite de la concentración de carbonato sódico en la solubilidad del sesquicarbonato sódico indicado [Na₂CO₃](sesqui) a la temperatura de trabajo.

Si [X](G) representa las concentraciones de sales solubles expresadas en g/kg de NaCl, o de Na₂SO₄, o la suma de las concentraciones de NaCl y Na₂SO₄ si están presentes ambas sales, esto se logra en general entre 20° y 80°C, cuando la concentración de carbonato sódico de las aguas madres (G), indicada como [Na₂CO₃](G), es menor que el siguiente valor (expresado en g/kg):

$$170 - 0,66 [X](G) \text{ (g/kg)}$$

Debe considerarse un margen de seguridad de modo que la concentración de carbonato sódico es preferiblemente como máximo este valor menos 5 g/kg, más preferiblemente como máximo este valor menos 10 g/kg, y lo más preferido como máximo este valor menos 20 g/kg.

Esto permite cristalizar principalmente bicarbonato sódico. Entonces, si los cristales correspondientes se separan de las aguas madre (G) que están concentradas en NaCl y/o Na₂SO₄, y si opcionalmente los cristales obtenidos se lavan cuando sea necesario para separar niveles altos de aguas madre y sales solubles como NaCl o Na₂SO₄ que impregnan, el contenido de cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico es en general al menos 40% en peso, o al menos 50% en peso, preferiblemente al menos 60% en peso, más preferido al menos 80% en peso y lo más preferido al menos 90% en peso de bicarbonato sódico. Los cristales (F) comprenden en general como máximo 50% en peso o como máximo 30% en peso o como máximo 20% en peso, preferiblemente como máximo 10% en peso, más preferido como máximo 5% en peso, y lo más preferido como máximo 3% en peso de carbonato sódico.

El contenido en sales solubles tales como cloruro sódico y/o sulfato sódico de cristales (F), en general es como máximo 10% en peso, preferiblemente como máximo 4% en peso, más preferiblemente como máximo 1% en peso.

De acuerdo con el uso final de los cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico obtenidos, el procedimiento de la presente invención puede comprender además:

g) opcionalmente, lavar los cristales (F) que comprenden bicarbonato sódico para producir cristales opcionalmente lavados que comprenden bicarbonato sódico,

h) secar los cristales opcionalmente lavados que comprenden bicarbonato sódico.

Como una alternativa, existe la posibilidad de calcinar parcial o totalmente el bicarbonato sódico en lugar de solo secar los cristales.

En este caso el procedimiento de acuerdo con la presente invención comprende además las etapas de:

g) opcionalmente lavar los cristales de bicarbonato sódico para producir cristales opcionalmente lavados que comprenden bicarbonato sódico,

i) calcinar los cristales opcionalmente lavados que comprenden bicarbonato sódico, en cristales que comprenden carbonato sódico.

Cuando se calcina parcial o totalmente el bicarbonato sódico de los cristales en la etapa i), se genera un gas (O) que comprende dióxido de carbono. El dióxido de carbono y el agua se pueden recuperar y reciclar total o parcialmente a la etapa de bicarbonatación.

Por lo tanto, el procedimiento de la presente invención puede comprender además la etapa de:

j) recuperar al menos parte del gas (O) que comprende dióxido de carbono y reciclarlo a la etapa b).

EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos están dirigidos solo a ilustrar la invención y no se pretende que limiten el alcance de la invención reivindicada.

Ejemplo 1

La tabla 1 ilustra un diagrama del flujo másico de una realización del procedimiento de la presente invención como se describe en la **figura 2**, en el que la impureza de sal soluble principal de la corriente de carbonato sódico (A) es cloruro sódico.

5 Este ejemplo muestra el gran interés en el caso en el que la corriente de carbonato sódico (A) sea una purga de un cristalizador de carbonato sódico: el flujo másico de la purga final (I) es 226 kg/h, valor que representa menos de una cuarta parte del valor de la purga original (A) de 1000 kg/h, y la pérdida de carbonato sódico de la purga final (I) es 27 kg/h, es decir una reducción en masa de un factor de casi 9 comparado con el valor inicial de 242 kg/h de carbonato sódico en la purga inicial (A), gracias al ciclo de reciclado asociado con un desbicarbonatador y un evaporador del presente procedimiento.

10 Por comparación, el documento US2009/0291038 (Solvay) de la técnica anterior, muestra en el ejemplo 1 del correspondiente documento una disminución de la pérdida de álcali sódico en la purga final de 60%, comparado con aproximadamente 90% en el presente ejemplo, y una reducción de 10% del flujo másico de la purga inicial comparado con aproximadamente 77% en el presente ejemplo.

Ejemplo 2

15 En este ejemplo, los mismos datos de la tabla 1 pueden ilustrar un diagrama de flujo másico de una realización del procedimiento de la presente invención como se describe en la **figura 2**, en la que la impureza de sal soluble principal de la corriente de carbonato sódico (A) es sulfato sódico (Na_2SO_4). En este caso, los flujos másicos del cloruro sódico (NaCl) y las concentraciones de cloruro sódico (NaCl) deben interpretarse respectivamente como flujos másicos de Na_2SO_4 y concentraciones de Na_2SO_4 en lugar de los de NaCl.

Ejemplo 3 a 7 (E0 a E6)

20 En este ejemplo se usaron equipamientos y condiciones de trabajo similares a las del ejemplo 1 del documento US2009/0291038 (Solvay) pero la bicarbonatación se hizo en lotes, en un reactor de 3 litros agitado, a 70°C, con CO_2 gaseoso con una concentración en seco de 100% en volumen, y saturado con agua, con un tiempo de permanencia de una hora.

Los cristales obtenidos se filtraron, se lavaron con agua y etanol, y se secaron durante 24 horas a temperatura ambiente.

25 La tabla 2 da los resultados del análisis de las aguas madre iniciales y finales, de los cristales obtenidos, la densidad de la suspensión (peso de sólidos respecto al peso de suspensión), y también la distribución del tamaño de partículas de los cristales obtenidos.

Si hubiera conflicto de la descripción de cualquier patente, solicitudes de patente y publicaciones que se incorporan en el presente documento por referencia, con la presente descripción en la medida en que algún término pueda no quedar claro, la presente descripción tendrá prioridad.

ES 2 409 083 B2

| Ensayo de ref. | nº | E0 | E2 | E3 | E6 |
|---------------------------------------|--------|------|------|------|------|
| Temperatura | °C | 70 | 70 | 70 | 70 |
| Tiempo de permanencia | h | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Aguas madre iniciales | | | | | |
| NaHCO ₃ | g/kg | 79 | 54 | 44 | 45 |
| Na ₂ CO ₃ | g/kg | 49 | 52 | 52 | 50 |
| NaCl | g/kg | 136 | 144 | 153 | 75 |
| Na ₂ SO ₄ | g/kg | - | - | - | 75 |
| H ₂ O | g/kg | 736 | 750 | 751 | 755 |
| Total | g/kg | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 |
| Aguas madre finales | | | | | |
| NaHCO ₃ | g/kg | 50 | 48 | 45 | 62 |
| Na ₂ CO ₃ | g/kg | 11 | 20 | 10 | 17 |
| NaCl | g/kg | 146 | 153 | 165 | 78 |
| Na ₂ SO ₄ | g/kg | - | - | - | 77 |
| H ₂ O | g/kg | 793 | 779 | 780 | 766 |
| Total | g/kg | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 |
| Sólidos secados finales | | | | | |
| NaHCO ₃ | g/kg | 942 | 915 | 908 | 906 |
| Na ₂ CO ₃ | g/kg | 29 | 38 | 41 | 38 |
| NaCl | g/kg | 9 | 30 | 42 | 8 |
| Na ₂ SO ₄ | g/kg | - | - | - | 8 |
| H ₂ O | g/kg | 20 | 17 | 9 | 40 |
| Densidad de la suspensión | % en p | 6,9 | 6,3 | 6,5 | 4,7 |
| Distribución del tamaño de partículas | | | | | |
| d10 | µm | 121 | 41 | 39 | 50 |
| d50 | µm | 376 | 129 | 125 | 126 |
| d90 | µm | 678 | 280 | 415 | 566 |

Tabla 2 - Condiciones de trabajo y análisis químico y físico de los cristales obtenidos en los ejemplos 3 a 7 (respectivamente designados E0, E2, E3, E6).

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir bicarbonato sódico a partir de una corriente que lleva carbonato sódico (A) que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración $C_i(A)$, que comprende las siguientes etapas:
- mezclar la corriente que lleva carbonato sódico (A) con al menos parte de una corriente (B) para producir una corriente (C),
 - bicarbonatar la corriente (C) con un gas (D) que comprende CO_2 para producir una suspensión acuosa (E) que comprende cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico,
 - separar por una parte la suspensión acuosa (E) con el fin de obtener cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico, y por otra parte unas aguas madre acuosas (G),
 - desbicarbonatar parcialmente al menos parte de las aguas madre acuosas (G) y separar parte del agua de al menos parte de las aguas madre (G) para obtener la corriente (B) con al menos una impureza de sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración $C_i(B)$ y un gas opcional (H),
 - reciclar al menos una parte de la corriente (B) a la etapa a) de modo que la relación de las concentraciones $C_i(B)/C_i(A)$ de la al menos una impureza de sal soluble en agua de metal alcalino sea al menos 1,4, ventajosamente al menos 2, más ventajosamente al menos 4, e incluso más ventajosamente 7, y
 - separar el resto (I) de la corriente (B) o el resto (J) de las aguas madre (G) para ser procesadas adicionalmente.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino es una sal inorgánica soluble en agua seleccionada de: fluoruro sódico, cloruro sódico, bromuro sódico, yoduro sódico, cloruro potásico, sulfito sódico, sulfato sódico, sulfato potásico, selenato sódico, nitrito sódico, nitrato sódico, hipoclorito sódico, clorito sódico, fosfato sódico, aluminato sódico, borato sódico, silicato sódico, titanato sódico, vanadato sódico, y combinaciones de las mismas.
3. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que la sal soluble en agua de metal alcalino es una sal sódica o potásica soluble en agua, ventajosamente una sal sódica soluble en agua.
4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la corriente (A) comprende también al menos otra impureza seleccionada de sales parcialmente solubles en agua de aluminio (Al), plata (Ag), arsénico (As), bismuto (Bi), cadmio (Cd), cobalto (Co), cromo (Cr), cobre (Cu), hierro (Fe), mercurio (Hg), molibdeno (Mo), manganeso (Mn), níquel (Ni), plomo (Pb), antimonio (Sb), estaño (Sn), titanio (Ti), telurio (Tl), cinc (Zn), vanadio (V) y combinaciones de los mismos.
5. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que una de la al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino es una sal orgánica soluble en agua de metal alcalino.
6. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que una de la al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino es cloruro sódico (NaCl).
7. El procedimiento de la reivindicación 6, en el que la concentración $C_i(B)$ de cloruro sódico (NaCl) es al menos 130 g/kg.
8. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que una de la al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino es sulfato sódico Na_2SO_4 .
9. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la concentración $C_i(B)$ de sulfato sódico (Na_2SO_4) es al menos 20 g/kg, ventajosamente al menos 40 g/kg, más ventajosamente al menos 80 g/kg, preferiblemente al menos 120 g/kg.
10. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la corriente (A) se saca de un cristizador de carbonato sódico seleccionado del grupo que consiste en: un cristizador de carbonato sódico anhidro, un cristizador de carbonato sódico monohidrato, un cristizador de carbonato sódico heptahidrato, un cristizador de carbonato sódico decahidrato, un cristizador de sesquicarbonato sódico, un cristizador de wegscheiderita, y una combinación de los mismos; ventajosamente el cristizador de carbonato sódico es un cristizador de carbonato sódico monohidrato.
11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el cristizador de carbonato sódico se alimenta con una disolución de carbonato sódico que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino en una concentración C_0 , y en el que la relación de concentraciones $C_i(B)/C_0$ de la al menos una impureza es al menos 14, ventajosamente al menos 30, más ventajosamente al menos 60, e incluso más ventajosamente al menos 120.
12. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el carbonato sódico de la corriente (A) deriva parcial o totalmente de trona recuperada por minería mecánica o por minería por disolución.

13. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la corriente (A) deriva parcial o totalmente de sólidos de balsas de residuos que comprenden carbonato sódico.
- 5 14. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la corriente (A) es una disolución acuosa que comprende carbonato sódico, ventajosamente la corriente (A) es una purga de un cristizador de carbonato sódico monohidrato.
- 10 15. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa d) el gas opcional (H) es un gas que comprende al menos 20, ventajosamente al menos 30, más ventajosamente al menos 40, incluso más ventajosamente al menos 80% en volumen de CO₂ expresado como gas seco.
- 15 16. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la etapa b) se opera a una temperatura de al menos 20°C, ventajosamente al menos 38°C, más ventajosamente al menos 55°C, e incluso más ventajosamente al menos 70°C.
- 20 17. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes que además comprende:
 g) opcionalmente, lavar los cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico para producir cristales opcionalmente lavados,
 h) secar los cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico o los cristales opcionalmente lavados.
- 25 18. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes que además comprende:
 g) opcionalmente lavar los cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico para producir cristales opcionalmente lavados,
 i) calcinar los cristales (F) que comprenden cristales de bicarbonato sódico o los cristales opcionalmente lavados, en cristales calcinados que comprenden carbonato sódico.
- 30 19. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes que además comprende:
 k) reciclar el resto de la corriente (B) a una cavidad de minería por disolución o,
 l) desechar el resto de la corriente (B) en una cavidad de minería o mina de extracción, o en la inyección en un pozo profundo.
- 35 20. Un procedimiento para la producción conjunta de cristales de carbonato y bicarbonato sódico que comprende en una primera etapa introducir una disolución de carbonato sódico que comprende carbonato sódico y al menos una impureza que consiste en una sal soluble en agua de metal alcalino, en un cristizador de carbonato sódico, producir una primera suspensión acuosa que comprende cristales de carbonato sódico, someter la primera suspensión acuosa a una separación, con el fin de obtener por una parte cristales que comprenden carbonato sódico, que son valorados, y por otra parte unas aguas madre, sacar parte de las aguas madre del cristizador de carbonato sódico para constituir una corriente que lleva carbonato sódico (A) para ser más procesada de acuerdo con el procedimiento para producir bicarbonato sódico de cualquiera de las reivindicaciones precedentes.
- 40

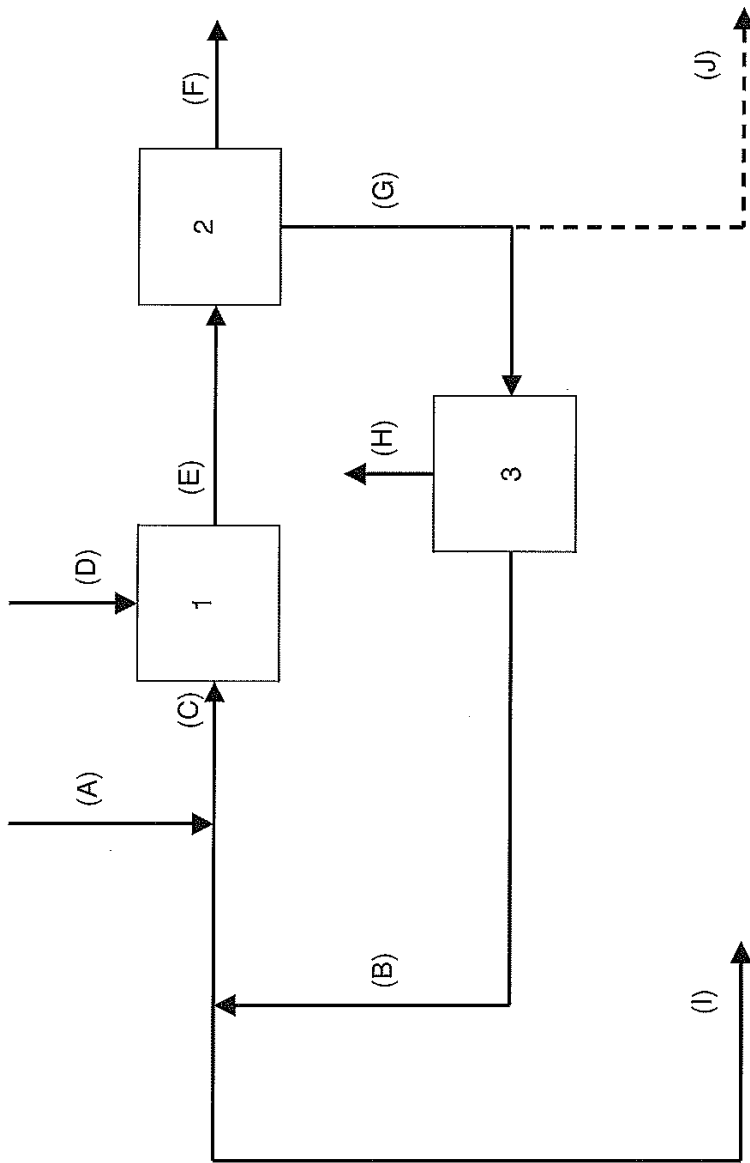


Fig. 1

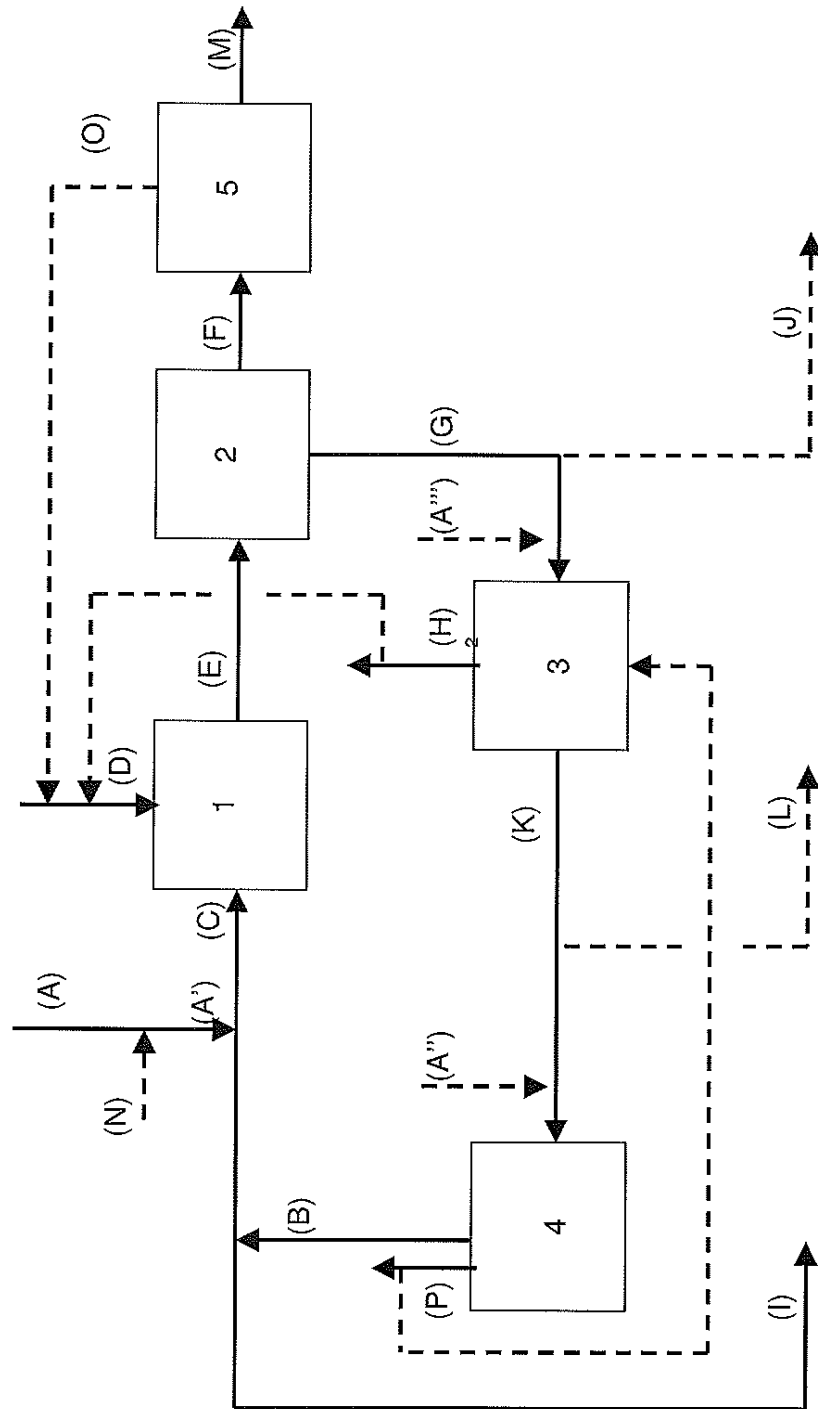


Fig. 2



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 201230331

②② Fecha de presentación de la solicitud: 05.03.2012

③② Fecha de prioridad: **20-12-2011**

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **C01D7/10** (2006.01)
C01D7/12 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | ⑤⑥ Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|
| A | WO 2009138403 A1 (SOLVAY ET AL.) 19/11/2009, página 3, línea 9 - página 7, línea 26; página 9, línea 28 - página 10, línea 4; ejemplo 1, tablas 1 y 2, figura 1. | 1-20 |
| A | US 5989505 A (ZOLOTOOCHIN VLADIMIR M ET AL.) 23/11/1999, columna 1, línea 6 - columna 3, línea 45; columna 4, línea 51 - columna 7, línea 3; tabla 1, figura 1, resumen. | 1-20 |
| A | US 2006182675 A1 (CEYLAN ISMAIL ET AL.) 17/08/2006, párrafos [23 - 25]; párrafos [34 - 37]; párrafo [41]; párrafos [45 - 47]; figura 1. | 1-20 |
| A | US 2004057892 A1 (KURTZ ANDREW D) 25/03/2004, párrafos [12 - 16]; figura 2. | 1-20 |
| A | EP 0005981 A1 (STAUFFER CHEMICAL CO) 12/12/1979, página 3, líneas 16 - 35; figura 1. | 1-20 |

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
26.11.2012

Examinador
M. González Rodríguez

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C01D

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI.

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 26.11.2012

Declaración

| | | |
|-------------------------------------------------|-----------------------|-----------|
| Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986) | Reivindicaciones 1-20 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |
| Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986) | Reivindicaciones 1-20 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

| Documento | Número Publicación o Identificación | Fecha Publicación |
|-----------|----------------------------------------------|-------------------|
| D01 | WO 2009138403 A1 (SOLVAY et al.) | 19.11.2009 |
| D02 | US 5989505 A (ZOLOTOOCHIN VLADIMIR M et al.) | 23.11.1999 |
| D03 | US 2006182675 A1 (CEYLAN ISMAIL et al.) | 17.08.2006 |

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un procedimiento mejorado para producir bicarbonato sódico a partir de una corriente de carbonato sódico y una impureza consistente en una sal de metal alcalino soluble en agua, que comprende las etapas de bicarbonatación, separación de cristales, desbicarbonatación y recirculación de una parte de la corriente desbicarbonatada de modo que la relación de concentraciones de impureza respecto a la corriente de entrada tenga un valor de al menos 1.4.

El documento D01 divulga un procedimiento de producción conjunta de carbonato y bicarbonato de sodio a partir de un polvo sólido obtenido de sesquicarbonato de sodio, que comprende las siguientes etapas: disolución de sesquicarbonato de sodio en agua, cristalización de carbonato sódico, separación de cristales de carbonato sódico de las aguas madre, puesta en contacto de dichas aguas madre con un gas que contiene dióxido de carbono para formar cristales de bicarbonato sódico, separación de cristales de bicarbonato de sodio de unas segundas aguas madre y desbicarbonatación de las mismas con vapor, obteniendo un gas que contiene CO₂ que puede ser reutilizado en la etapa de bicarbonatación (Ver página 3, línea 9 - página 7, línea 26; página 9, línea 28 - página 10, línea 4; ejemplo 1, tablas 1 y 2, figura 1).

El documento D02 divulga un procedimiento donde una disolución de carbonato de sodio se trata con dióxido de carbono para producir bicarbonato de sodio, el bicarbonato de sodio cristaliza en un cristizador, se separan los cristales de las aguas madre, y la corriente de aguas madre se somete a un tratamiento con aire para transformar el bicarbonato de sodio en carbonato, devolviéndose esta corriente a la etapa de disolución de materia prima (trona). Se propone una purga entre 5-10% de aguas madre para mantener fijo el nivel de impurezas en el circuito (Ver columna 1, línea 6 - columna 3, línea 45; columna 4, línea 51 - columna 7, línea 3; tabla 1, figura 1, resumen).

El documento D03 divulga un procedimiento de producción de carbonato y bicarbonato de sodio, donde la línea de producción de bicarbonato consta de las etapas de carbonatación, separación de cristales, desbicarbonatación y evaporación de las aguas madre y recirculación al proceso (Ver párrafos [23 - 25]; párrafos [34 - 37]; párrafo [41]; párrafos [45 - 47]; figura 1).

La diferencia entre los documentos citados y el objeto técnico de la reivindicación 1 de la solicitud radica en la relación de las concentraciones de las impurezas entre la corriente de aguas madre de reciclaje y la corriente de entrada. El documento D01 plantea la posibilidad de reutilizar las aguas madre procedentes de la cristalización de carbonato o bicarbonato de sodio para la disolución de la materia prima, y los documentos D02 y D03 divulgan esta recirculación explícitamente. Sin embargo, en ninguno de ellos se hace referencia a un valor de al menos 1.4 en la relación de concentraciones de impureza como valor óptimo de operación del reciclaje para que la pérdida de álcali en la purga sea mínima.

En consecuencia, el objeto de la reivindicación 1 y de las reivindicaciones 2-20, dependientes de ella, implican novedad y actividad inventiva dado que el experto en la materia, a partir de la información contenida en los documentos existentes en el estado de la técnica, no llegaría a la determinación de las condiciones (relativas al contenido de impurezas de la corriente de aguas madre de reciclaje) que permitirían el desarrollo del proceso en las condiciones establecidas en la reivindicación 1 con la ventaja asociada de reducir la cantidad de álcali que se pierde en la corriente de purga.

En consecuencia, la invención según se recoge en las reivindicaciones 1-20 de la solicitud es nueva e implica actividad inventiva (Art. 6.1 y 8.1 LP).