

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11) Número de publicación: **2 187 311**

21) Número de solicitud: 009901559

51) Int. Cl.<sup>7</sup>: B01D 11/04  
B01D 61/24

12)

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22) Fecha de presentación: **05.07.1999**

43) Fecha de publicación de la solicitud: **01.06.2003**

43) Fecha de publicación del folleto de la solicitud: **01.06.2003**

71) Solicitante/s:  
**UNIVERSIDAD DE CANTABRIA  
Pabellón de Gobierno,  
Avda. de los Castros s/n  
39005 Santander, Cantabria, ES**

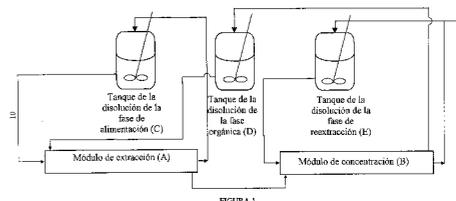
72) Inventor/es: **Ortiz Uribe, Inmaculada;  
Galán Corta, Berta y  
Ibáñez Mendizábal, Raquel**

74) Agente: **No consta**

54) Título: **Método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas.**

57) Resumen:

Método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas. En este método la extracción y concentración de compuestos líquidos se realiza simultáneamente utilizando para ello un agente de extracción selectivo hacia el/los solutos que se quieren extraer. Este agente de extracción forma con el/los solutos complejos reversibles que se liberan en la etapa de concentración de modo que el agente de extracción es regenerado para ser utilizado de nuevo en el proceso. Ambas etapas de extracción y concentración se realizan utilizando membranas microporosas donde el contacto entre las fases se realiza en los poros de las fibras que se encuentran en el interior del módulo, de modo que se evita la dispersión de las fases y por tanto su posterior separación. Además se debe aplicar una ligera sobrepresión a la fase por la cual las fibras no están preferentemente impregnadas con objeto de evitar la dispersión de las fases. El funcionamiento del sistema puede ser en continuo, discontinuo o semicontinuo.



ES 2 187 311 A1

## DESCRIPCION

Método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas.

La presente invención se refiere a un método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas, gracias al cual se consiguen notables mejoras en relación a los procesos de extracción y/o reextracción conocidos hasta la fecha. Las mejoras afectan a la simplificación de los procesos porque se evita la etapa de separación de las fases habitual en los procesos de extracción y/o reextracción convencional y también afecta a la realización conjunta de las etapas de extracción y concentración de modo que en el mismo proceso se regenera el extractante.

### Antecedentes de la invención

Son conocidos los procesos de extracción realizados mediante dispersión en forma de gotas de una fase acuosa en el seno de una fase orgánica o viceversa, sin embargo, este tipo de contacto requiere una etapa de separación de las fases acuosa y orgánica implicadas en el proceso. También son conocidos los procesos de extracción realizados utilizando membranas, por ejemplo las patentes US3951789 o la US499756. La extracción con membranas permite llevara cabo la extracción sin dispersión de las fases propias de los procesos de extracción convencionales usando contactores mucho más pequeños que los equipos de extracción convencional. Por otra parte, en los métodos de extracción convencionales tras la etapa de extracción el agente de extracción pierde su capacidad de extracción de modo que se desecha o bien hay que buscar otro proceso para regenerarlo.

Para evitar estos inconvenientes, los titulares de la presente invención, realizaron un nuevo proceso de extracción acoplado a un proceso de concentración, cuyas características fundamentales son las siguientes:

1. Realización simultánea de las etapas de extracción y concentración.
2. Utilización de módulos de fibras huecas microporosas para la etapa de extracción y para la etapa de reextracción.
3. Utilización de una sobrepresión en la fase por la cual las fibras no están impregnadas con objeto de evitar la dispersión de las fases.
4. Utilización de un agente de extracción selectivo hacia el/los solutos que queremos extraer de la fase acuosa y que da lugar a la formación de compuestos complejos que puedan liberar el soluto en la etapa de reextracción.

No obstante, la experiencia ha demostrado que es posible mejorar las características de la extracción y/o reextracción objeto de la patente, en consecuencia, se ha ideado un nuevo proceso, cuyas características son el objeto de la presente invención.

## Descripción de la invención

En este método para extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas, se utiliza un agente de extracción selectivo hacia el/los solutos que se quieren extraer que da lugar a la formación de compuestos reversibles permitiendo la realización simultánea de las etapas de extracción y de reextracción. Las disoluciones acuosas de extracción y de reextracción se ponen en contacto son la disolución orgánica a través de un soporte polimérico microporoso (módulos de fibras huecas), evitando la dispersión de dichas disoluciones. La etapa de extracción permite la separación de los solutos buscados de la fase acuosa de alimentación mediante la reacción selectiva con el agente de extracción y la etapa de reextracción permite la regeneración del agente de extracción selectivo presente en la fase orgánica, así como la concentración del soluto en la disolución acuosa de reextracción, lo cual permite su reutilización en procesos industriales.

Como se observa en la figura 1, en la etapa de extracción, la disolución de alimentación, que contiene el/los solutos a extraer, se impulsa desde el tanque de alimentación hasta el módulo de fibras huecas de extracción donde entra en contacto con el agente extractante presente en la fase orgánica. El soluto contenido en la disolución de alimentación entra en contacto con la fase orgánica en la interfase creada en los poros de las fibras que se encuentran en el interior del módulo y la disolución orgánica se carga del soluto. Del módulo de extracción sale por un lado la disolución orgánica cargada con el soluto, y por el otro lado, el refinado resultante de la depuración de la alimentación.

En la etapa de reextracción, la disolución de reextracción se impulsa desde el tanque de alimentación hacia el módulo de fibras huecas de reextracción donde entra en contacto con la fase orgánica. El soluto contenido en la fase orgánica entra en contacto con la fase acuosa de reextracción en la interfase creada en los poros de las fibras que se encuentran en el interior del módulo y la disolución acuosa de reextracción se carga del soluto, por lo tanto el agente de extracción presente en la fase orgánica se libera del soluto y es regenerado para ser devuelto al módulo de extracción. Del módulo de reextracción salen: la fase orgánica una vez regenerada, y la disolución acuosa de reextracción con elevada concentración del soluto.

Se puede operar en continuo, de manera que se ajustan los tiempos de residencia de las distintas fases para que, tanto la alimentación como la fase acuosa de reextracción salgan, en un solo paso por el módulo correspondiente, la primera con una concentración por debajo de la requerida y la segunda con una concentración igual o superior a la necesaria pasa su posterior liso. Se puede elegir igualmente una operación en semicontinuo, es decir, con recirculación de la fase de reextracción hasta conseguir las especificaciones de la misma, en lo que respecta a su concentración o bien en discontinuo, con recirculación completa de todas las fases intervinientes. Se elegirá

un modo de operación u otro en función de cuáles sean las características de la alimentación y los ya mencionados requerimientos de depuración y concentración.

Un funcionamiento adecuado del sistema requiere aplicar cierta sobrepresión a una de las fases, la fase por la cual las fibras no estén preferentemente impregnadas. Dicha sobrepresión ha de mantenerse a lo largo del módulo, teniendo en cuenta la pérdida de carga que se da en ambos fluidos a lo largo del módulo.

El flujo de los fluidos puede ser en contracorriente o en corrientes paralelas.

El diseño de este tipo de sistemas es simple y modular, lo que permite una sencilla adecuación del tamaño del equipo a variaciones de proceso, y no presenta problemas de escalado, al conocerse el área de contacto, difiriendo únicamente el equipo a escala laboratorio del industrial en el número de fibras y la longitud del módulo. Por otro lado, las pérdidas de disolución orgánica son despreciables, bajo un diseño adecuado del proceso.

Los módulos de fibras huecas poseen una relación muy elevada de área de transferencia por volumen de equipo, con lo que se consigue el mismo grado de extracción con un volumen de equipo menor al necesario en otras tecnologías.

#### Breve descripción de los dibujos

Para mejorar la comprensión de cuanto queda descrito en la presente memoria, se acompañan unos dibujos en los que, tan solo a título de ejemplo, se representa un caso práctico de realización del método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas.

El proceso de extracción-reextracción líquido-líquido no-dispersiva en módulos de fibras huecas se muestra de forma simplificada en la figura 1.

El sistema experimental utilizado se muestra en la Figura 2 con mayor detalle que en la figura anterior y consta esencialmente de los siguientes elementos: un tanque de almacenamiento y mezcla de la fase acuosa de alimentación (1), un tanque de almacenamiento y mezcla de la fase orgánica (2), un tanque de almacenamiento mezcla de la fase acuosa de reextracción (3), un módulo de fibras huecas para la etapa de extracción (4), un módulo de fibras huecas para la etapa de reextracción (5), una bomba para impulsar la disolución de alimentación (6), una bomba para impulsar la disolución orgánica (7) y bomba para impulsar la disolución de reextracción (8), un medidor de caudal para la fase acuosa de alimentación (9), un medidor de caudal para la fase orgánica (10), un medidor de caudal para la fase acuosa de reextracción (11), una válvula para la regulación de la presión en la fase acuosa de alimentación (12), una válvula para la regulación de la presión en la fase orgánica después del módulo de extracción (13), una válvula para la regulación de la presión en la fase orgánica después del módulo de extracción (14), una válvula para la regulación de la presión en la fase acuosa de reextracción (15), y 6 indicadores de presión antes y después de los módulos (16-21).

#### Descripción de una realización preferida

El método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utili-

zando membranas microporosas se observa en la figura 2.

La disolución de alimentación es impulsada desde el tanque de almacenamiento (1) hasta el módulo de extracción (4) por una bomba (6); previo a la entrada en el módulo de extracción se mide la presión de la fase acuosa (17) con objeto de medir la caída de presión en el interior del módulo. Tras cubrir el recorrido por el módulo, se mide la presión de la disolución (16) y el caudal de la misma (9). Posteriormente, la disolución pasa por una válvula de regulación de presión (12) que se abrirá o cerrará dependiendo del caudal de la disolución y de la presión antes y después del módulo con objeto de que la presión de la fase acuosa sea ligeramente superior a la presión en la fase orgánica. Finalmente, la disolución pasa por una válvula de tres vías con objeto de que en función de los requisitos pueda ir a vertido o bien ser recirculada al tanque de almacenamiento agitado de la fase acuosa de alimentación para reiniciar el proceso.

La disolución de fase orgánica es impulsada por una bomba (7) desde el tanque de almacenamiento (2) hasta el módulo de extracción (4) donde entra en contacto con la disolución de fase acuosa de alimentación para captar el soluto presente en la fase de alimentación. Previo a la entrada en el módulo y tras la salida del mismo se mide la presión de la disolución (22 y 23). Posteriormente la disolución de fase orgánica pasa al módulo de reextracción (5) donde entra en contacto con la fase acuosa de reextracción para liberar el soluto. También en este módulo previo a la entrada en el módulo y tras la salida del mismo se mide la presión de la disolución (18 y 19). Posteriormente mide el caudal de la disolución (10) y finalmente pasa por una válvula de regulación de presión (14). De ahí, esta fase orgánica es impulsada hasta el tanque de almacenamiento donde se homogeneiza (2) y donde inicia de nuevo el proceso de carga y descarga.

Con respecto a la disolución de reextracción esta es bombeada (8) desde su tanque de almacenamiento (3) hasta el módulo de reextracción. También es necesario medir la caída de presión en el módulo (20 y 21) para que a su paso por la válvula de regulación (15) dicha válvula se cierre la cantidad suficiente para conseguir la sobrepresión deseada en función del valor de la presión de la fase orgánica. Previo a la válvula de regulación, se mide el caudal de la disolución (11) y esta puede ir a vertido o bien ser recirculada al tanque de almacenamiento agitado para reiniciar el proceso.

Tanto en la etapa de extracción como en la etapa de reextracción el flujo de los fluidos puede ser en contracorriente o en corrientes paralelas.

La característica esencial del método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas es la realización simultánea de las etapas de extracción y reextracción consiguiendo de esta manera la regeneración del agente de extracción a la vez que se carga con el soluto a extraer.

Otra característica destacable del método para la extracción y concentración simultáneas de

compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas es que las disoluciones acuosas de extracción y reextracción se ponen en contacto con la disolución orgánica a través módulos de fibras huecas evitando la dispersión de las fases y por lo tanto no es necesario una etapa de separación de las fases.

Otra característica destacable del método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas es que los módulos de fibras huecas poseen una relación muy elevada de área de transferencia por volumen de equipo con lo que se consigue el mismo grado de extracción con un volumen de equipo menor al necesario en otras tecnologías.

Otra característica destacable del método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas es que el diseño de este tipo de sistemas es simple y modular, lo que permite una

sencilla adecuación e tamaño del equipo a variaciones de proceso, y no presenta problemas de escalado, al conocerse el área de contacto, diferenciando únicamente el equipo a escala laboratorio del industrial en el número de fibras y la longitud del módulo.

Otra característica destacable del método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas es que, bajo un diseño adecuado del proceso, las pérdidas de disolución orgánica son despreciables.

De todo lo descrito y por la observación de los dibujos se desprende las ventajas que presenta el método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas. Además su aplicación es posible en caso de separación-concentración de compuestos muy variados desde compuestos farmacéuticos, aminoácidos, metales pesados, aniones, entre otros.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

## REIVINDICACIONES

1. Método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas constituido por, una etapa de extracción que utiliza membranas microporosas (A), una etapa de concentración que utiliza membranas microporosas (B), una fase acuosa de alimentación que contiene el/los solutos a extraer (C), una fase orgánica que contiene el agente de extracción selectivo (D) y una fase acuosa de reextracción que contiene el agente de reextracción (E), y **caracterizado** por realizar la etapa de extracción y concentración simultáneamente.

2. Método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas, según la reivin-

dicación 1, **caracterizado** por la utilización de membranas microporosas en la etapa de extracción y en la etapa de concentración.

3. Método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas, según las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** por la utilización de un agente de extracción selectivo hacia los solutos deseados y que forma un complejo reversible, es decir, que libera el soluto en la etapa de reextracción-concentración.

4. Método para la extracción y concentración simultáneas de compuestos de fases líquidas utilizando membranas microporosas, según las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque puede ser utilizado para la separación-concentración de diferentes compuestos.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

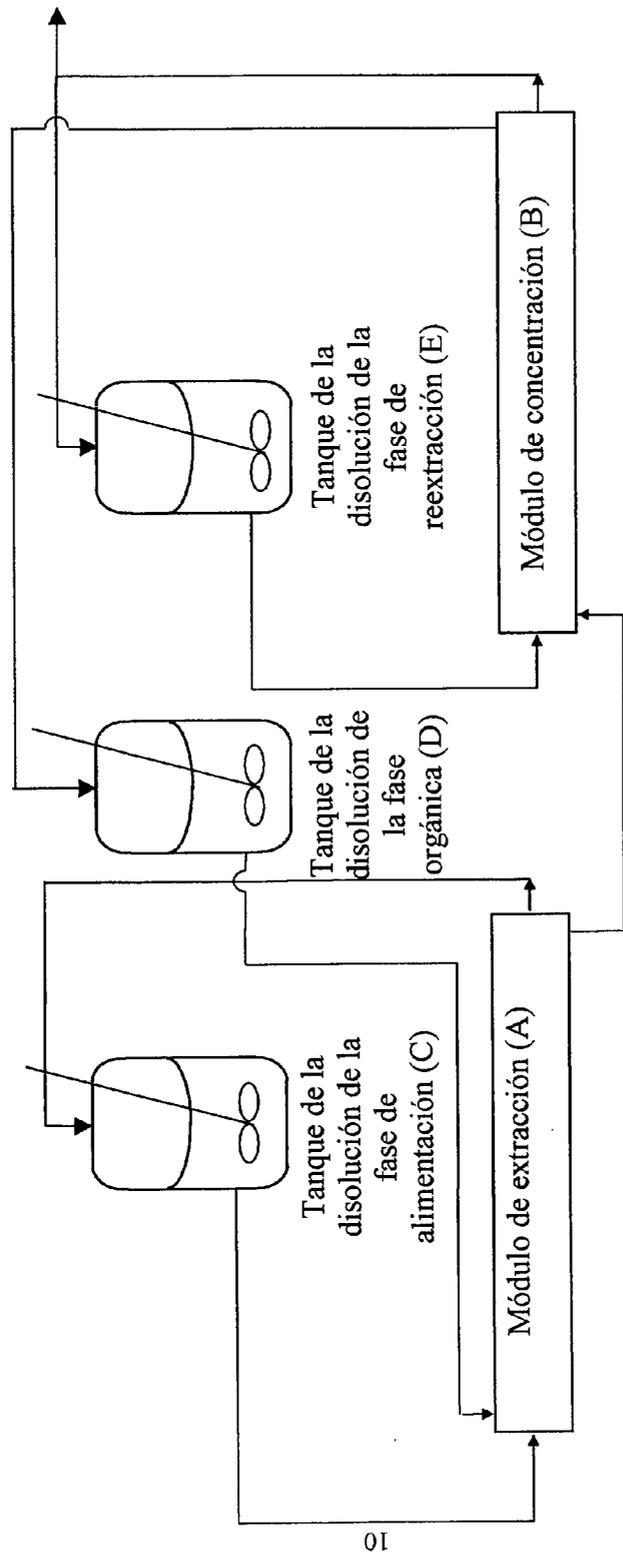
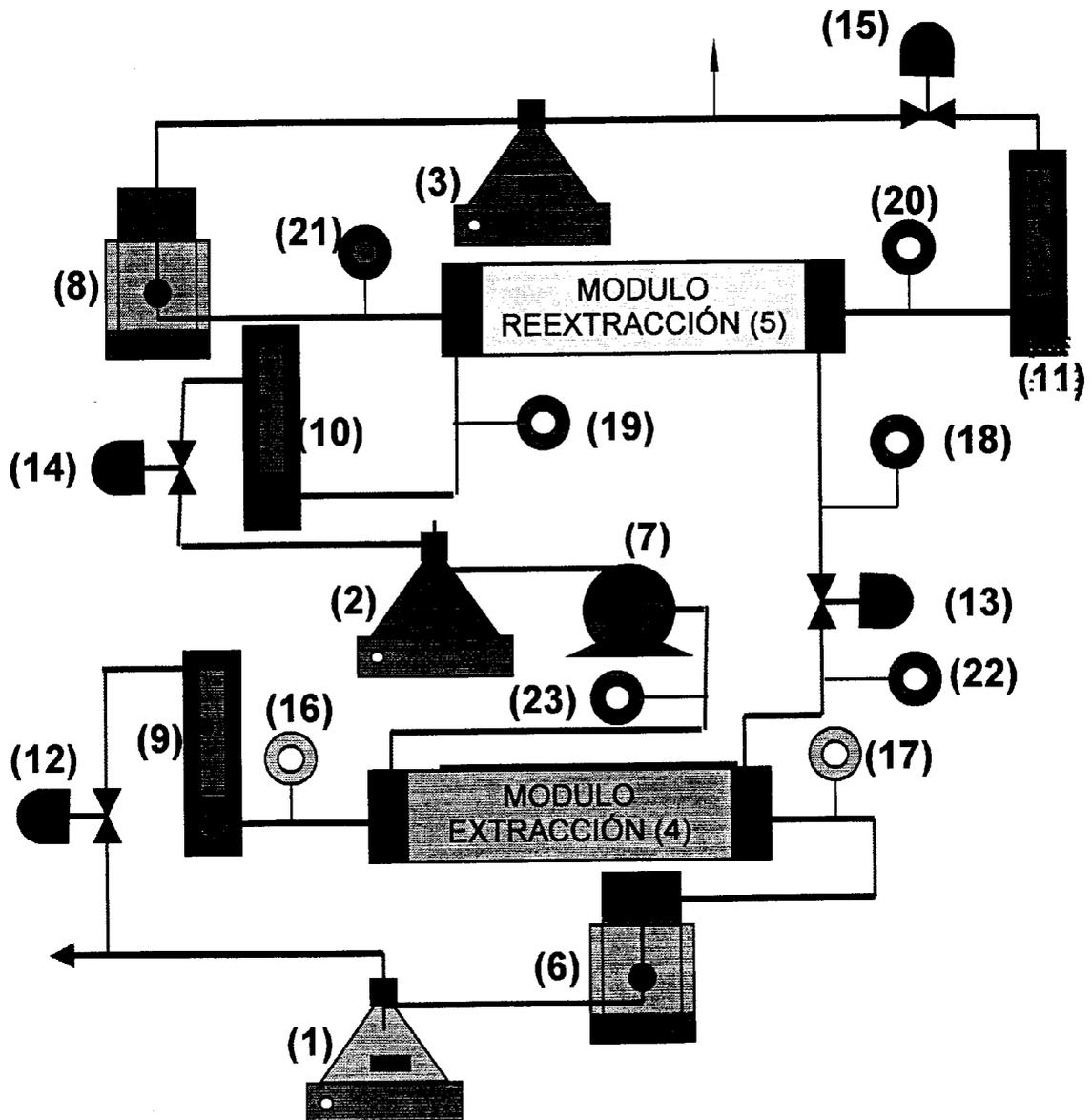


FIGURA 1

10

FIGURA 2





INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.<sup>7</sup>: B01D 11/04, 61/24

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	US 3956112 A (LEE et al.) 11.05.1976, columna 1, línea 53 - columna 2, línea 9; figura 3.	1
A	EP 246065 A1 (CELANESE CORPORATION) 19.11.1987, reivindicaciones 1-2.	1-2
A	US 5492838 A (PAWLISZYN) 20.02.1996, reivindicación 13.	1
A	US 4844808 A (SABOT et al.) 04.07.1989, resumen.	1

**Categoría de los documentos citados**

X: de particular relevancia

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

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

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

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

**El presente informe ha sido realizado**

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

**Fecha de realización del informe**

28.04.2003

**Examinador**

M. Ramos Asensio

**Página**

1/1