



Memoria descriptiva que se acompaña á la Solicitud de Patente de Invención por VEINTI años á favor de la razón social I. G. F a r b e n i n d u s t r i e A k t i e n g e s e l l e s c h a f t, residente en Frankfurt a. M. (Alemania), por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE GASES Y MEZCLAS GASOSAS", presentada en el Ministerio de Trabajo, Industria y Comercio.

En muchos procesos gaseosos catalíticos resultan muy nocivas aun pequeñísimas cantidades de gases y vapores, como óxido de carbono, ácido sulfhídrico, arsenhídrico, vapor de agua, etcetera. Su acción perjudicial puede llegar hasta impedir totalmente reacciones que de otra suerte se realizarían rápidamente y sin perturbaciones. El conocimiento de este hecho ha servido de fundamento á especiales métodos de purificación más ó menos eficaces para los diversos procesos catalíticos.

Ahora bien, se ha descubierto que pueden privarse los gases de pequeñísimas cantidades de aquellos elementos que actúan como venenos de los contactos, cuando se los conduce sobre masas porosas con gran superficie, sustancias llamadas activas que se impregnan con metales alcalinos ó alcalino-terreos ó especialmente con combinaciones reaccionables especialmente exentas de oxígeno de estos elementos, por ejemplo las amidas, solos ó mezclados.

Como sustancias porosas de gran superficie se emplean por ejemplo carbón activo, gel de sílice, óxido de aluminio, etcetera. Su tratamiento con los indicados metales puede realizarse por ejemplo, empapando las sustancias porosas con disoluciones amoniacaes de metales alcalinos ó alcalinotérreos y separando después el amoniaco. Se pueden también impregnar las sustancias muy porosas con disoluciones coloidales de los metales deseados, por ejemplo de sodio en xilol ó éter, y separar el disolvente por uno de los métodos usuales.



En muchos casos ofrece especial ventaja el emplear masas de purificación que contengan metales en forma de gran superficie con preferencia muy porosos (por ejemplo de esponja) ó de fina dispersión, sobre los cuales se reparte el metal alcalino ó alcalinotérreo ó combinaciones de estas sustancias de gran poder de reacción y especialmente exentas de oxígeno. Para aumentar la superficie de los metales-soporte y eventualmente para impedir la concreción á temperaturas elevadas se les puede mezclar óxidos difícilmente reductibles ó las sustancias arriba indicadas, porosas y de gran superficie ó bien hacer que se originen sobre estas ó con estas. Con frecuencia ofrecen también ventajas mezclas de varios metales ó aleaciones metálicas de soporte. La elección de los metales, etcetera, debe realizarse de manera que los gases á purificar solo se priven de los elementos perjudiciales, pero ellos quedan inalterados ó solo ligeramente alterados. Si por ejemplo se quieren purificar mezclas de hidrógeno y de nitrógeno, entonces es preferible emplear como metales soporte, hierro, manganeso, cobalto ó níquel, solos ó en combinación reciproca ó con otras sustancias.

Los metales soporte se pueden impregnar por ejemplo según el método arriba más detenidamente descrito con metales alcalinos ó alcalinotérreos etcetera, ó mezclarlos con combinaciones de los metales alcalinos ó alcalinotérreos que se descompongan al calor y tratar las mezclas á elevadas temperaturas, dado el caso en presencia de gases que contengan hidrógeno ó en presencia de este. Pero también puede partirse de combinaciones, en las que los metales que sirven de soporte estén contenidos junto con metales alcalinos ó alcalinotérreos y calentar altamente, con preferencia bajo presión, estas combinaciones en corriente de hidrógeno y eventualmente agregando pequeñas cantidades de vapor de agua, por ejemplo de manera que primero se originen los soportes metálicos, sobre los cuales se separen luego el metal alcalino ó



alcalinotérreo gracias á calentar á más elevada temperatura en corriente de hidrógeno. En muchos casos se recomienda tratar después las masas con gas amoníaco, con lo cual los metales alcalinos ó alcalinotérreos, se transforman en sus amidas que son muy activas. Los métodos últimamente descritos de impregnación pueden emplearse también ^{en} forma análoga en la impregnación de las otras sustancias no metálicas, porosas, y de gran superficie arriba mencionadas.

Si los gases á purificar contienen grandes cantidades de venenos de los contactos, entonces se recomienda realizar una purificación previa por los métodos usuales de purificación y eliminar solo las últimas trazas por medio de las masas de purificación descritas.

En la mayor parte de los casos por efecto de la enérgica acción de las masas purificadoras, es suficiente trabajar á la temperatura del local; pero el procedimiento puede también utilizarse á temperaturas más bajas ó más altas, segun las masas de impregnación empleadas y segun los elementos perjudiciales que se hayan de separar.

El procedimiento puede llevarse á la práctica con depresión, á la presión atmosférica ó á presión elevada.

Por ejemplo se pueden eliminar por este procedimiento las sustancias siguientes: Metaloides perjudiciales como tales ó en combinaciones oxígeno, azufre, fósforo, arsénico, halógenos, etcetera; óxido de carbón, anhídrido carbónico, agua, óxisulfuro de carbono, ácido sulfhídrico, arsenhídrico, fosfhídrico, halojenhídrico, etcétera, además metales que con los álcalis ó terreoalcalinos forman disoluciones ó aleaciones, por ejemplo mercurio, y también combinaciones del cianógeno, carbonilos, especial de hierro y níquel. Por este método pueden privarse de trazas de mezclas perjudiciales por ejemplo, mezclas de hidrógeno y nitrógeno para la síntesis del amoníaco, hidrocarburos gasiformes, ga-



ses nobles ó raros, amoniaco, hidrógeno, que ha de utilizarse para la hidrogenación catalítica, etcetera.

Resulta especialmente eficaz la purificación de las mezclas de hidrógeno y nitrógeno para la síntesis del amoniaco que contengan cualesquiera impurezas, cuando los gases, antes de ponerlos en contacto con el catalizador del amoniaco, se lavan á la presión ordinaria ó elevada con amoniaco líquido y luego se conducen sobre una de las masas de purificación de gran superficie arriba descritas, privándose el gas ante todo aún de las últimas trazas de oxígeno en forma libre ó combinada. Con preferencia la mezcla gaseosa antes del lavado con amoniaco líquido se la puede conducir sobre catalizadores poco sensibles á las impurezas á temperaturas elevadas, por ejemplo de 600-650 grados, con preferencia bajo elevada presión, y dado el caso el amoniaco líquido obtenido por el enfriamiento profundo de estos gases de reacción se utiliza para el lavado de los gases y luego estos después de lavados se conducen sobre las masas de purificación de gran superficie ya descritas. Si se trabaja en ciclo como se hace generalmente, entonces ó se puede tratar el gas de refresco en la forma descrita y agregarse luego al gas de la circulación ó se puede incorporar á este último sin purificar y someter la mezcla de gas de circulación y de gas de refresco al tratamiento arriba descrito, ó sea intercalar el lavado con amoniaco líquido y la conducción sobre masas de purificación de gran superficie en el ciclo de trabajo.

Se ha propuesto ya realizar la purificación de mezclas gaseosas para la preparación sintética de amoniaco tratando con disoluciones de metales alcalinos ó alcalinotérreos en amoniaco líquido ó en amidas alcalinas fundidas. El empleo de disoluciones de metales alcalinos ó alcalinotérreos en amoniaco líquido tiene el inconveniente de que se debe trabajar á temperaturas á las que



el proceso de purificación se realiza lentamente. El servirse de disoluciones de los metales alcalinos ó alcalinotérreos en amidas alcalinas fundidas, lleva consigo peligros de consideración. Los indicados métodos son por lo mismo poco satisfactorios y sin embargo se les ha empleado porque sirviéndose de sodio y de sodio-amida solos no se ha conseguido una purificación completa de los gases, especialmente del oxígeno.

---Ejemplo 1.---

Nitrógeno con oxígeno se conduce á una presión de $\frac{1}{1000}$ - $\frac{1}{500}$ atmósferas á través de una masa de purificación muy activa, que se habia preparado por impregnación de carbón activo con una disolución de sodio metálico en amoniaco liquido. En el gas que habia atravesado la masa de purificación, no pudo demostrarse después ningun oxígeno.

---Ejemplo 2.---

A través de la masa de purificación descrita en el ejemplo 1 se hizo pasar nitrógeno, que contenia aproximadamente 1% de ácido sulfhídrico á 20 grados y 1 atmosfera de presión. En el gas purificado no pudo comprobarse la presencia del sulfhídrico.

---Ejemplo 3.---

Hidrógeno con un contenido de 0,1% de óxido de carbono se hizo pasar á la presión atmosférica y á la temperatura del local á través de la masa de purificación descrita en el ejemplo 1 y que ya se habia utilizado repetidas veces para fines análogos. En el gas purificado no pudo comprobarse después el oxido de carbono.

---Ejemplo 4.---

Hidrógeno con 0,5 % de clorhídrico se hizo pasar á presión ordinaria y temperatura del local sobre la masa de purificación descrita en el ejemplo 1. En el gas de salida ya no existia la combinación de cloro.



--- Ejemplo 5. ---

Se descompuso carbonilo de hierro á 300 grados, después de lo cual el hierro originado en estado de fina división se preparó calentando á 200-300° según la porosidad deseada una esponja de hierro. Inmediatamente se impregna esta esponja con una disolución de cianuro de sodio y se calienta poco á poco á 550°-600° en corriente de hidrógeno. Sobre la activísima masa de purificación así obtenida se conduce á 500° hidrógeno, que contiene 0,1% de sulfhídrico y así se obtiene hidrógeno completamente exento de sulfhídrico.

--- Ejemplo 6. ---

Ferrocianuro de aluminio y potasio se calienta en hidrógeno húmedo primero á 500° y luego en hidrógeno prácticamente seco á 600 á 700°. Sobre la masa de purificación así obtenida se conduce á 450° y 200 atmósferas de presión una mezcla de hidrógeno y nitrógeno, que contiene pequeñas cantidades de agua y oxígeno y así se eliminan por completo estas impurezas. La mezcla gaseosa así purificada puede emplearse muy ventajosamente para la síntesis del amoníaco.

--- Ejemplo 7. ---

Se impregna carbón activo con ferrocianuro de potasio y calcio formado por reacción recíproca de disoluciones de ferrocianuro de potasio y cloruro de calcio. La masa seca se trata luego á 500° con hidrógeno puro. Si sobre la masa de purificación así obtenida se conduce etileno á 50-100°, que por su procedencia contenga aun pequeñas cantidades de sulfhídrico, se obtiene un gas completamente exento de sulfhídrico.

--- Ejemplo 8. ---

Una mezcla de nitrógeno é hidrógeno en la proporción de 1:3, que contiene pequeñas cantidades de sulfhídrico, óxido de carbono, oxígeno y vapor de agua, se conduce á 600° y 200 atmósferas de presión sobre un catalizador de hierro. A continuación la mez-



clá gaseosa se lava utilizando el amoniaco líquido así originado y separado por ejemplo á 20° y se conduce sobre una masa de purificación calentada á 500° y hecha de ferrocianuro aluminico-potásico. La mezcla gaseosa así tratada al conducirse nuevamente sobre uno de los catalizadores usuales para el amoniaco á 450° proporciona rendimientos mucho más elevados que cuando los gases se purifican solo en la forma usual.

;-:--:--:--:--:--:--: N O T A :-:--:--:--:--:--:--:--:

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

1°- Un procedimiento para la purificación de gases, caracterizado porque se emplean masas de purificación que contienen sobre sustancias porosas de gran superficie metales alcalinos ó alcalinoterreos ó especialmente combinaciones muy reaccionantes y exentas de oxígeno de estos elementos, solos ó mezclados entre si y en forma de fina división.

2°- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque se emplean masas de purificación que se obtienen impregnando sustancias porosas de gran superficie con metales alcalinos ó alcalinotérreos ó en combinación de estos elementos exenta especialmente de oxígeno y reaccionables, solos ó en mezclas reciprocas.

3°- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque se emplean masas de purificación que contienen metales en forma de gran superficie con preferencia porosos ó en fina división, solos ó sobre soportes, sobre los cuales se dispersan metales alcalinos ó alcalinotérreos ó combinaciones de estos muy reaccionables y especialmente exentas de oxígeno, solos ó en mezcla reciproca.

4°- Una forma especial de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 á 3, caracterizada porque mezclas de hidrógeno y nitrógeno para la síntesis del amoniaco se lavan con



amoníaco líquido y después se tratan por masas de purificación que se contienen en forma de fina división sobre sustancias de gran superficie contienen metales alcalinos ó alcalinotérreos ó combinaciones de estos elementos muy reaccionables y especialmente exentas de oxígeno, solos ó en mezcla reciproca y en forma de fina división.

Esta patente recae sobre "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE GASES Y MEZCLAS GASEOSAS", como queda descrito en la presente memoria, y caracterizado en la anterior Nota.

Madrid ²⁸ de Enero de 1928.

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the date. The signature is cursive and appears to be the name of the inventor.