



- 1 - 275334

## *Memoria Descriptiva*

*para*

una patente de Invención,  
por 20 años en España,  
*a favor de*

Buss A.G.  
(sociedad suiza)

*residente en*

Basel (Suiza)

*por:*

"PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE ACIDO FLUORHIDRICO  
TECNICO" ..

-----  
INVENTOR: Renato Gentili,  
(de nacionalidad suiza)

-----  
PRIORIDAD: Solicitud patente suiza 3.423,  
del 22 de Marzo de 1.961.  
-----



275334

El presente invento se refiere a un procedimiento para la purificación de ácido fluorhídrico técnico de impurezas ligeramente volátiles como  $\text{SO}_2$  y  $\text{H}_2\text{SiF}_6$ .

Es ya conocido evacuar estas impurezas mediante destilación a presión en la cabeza de una columna, realizándose la destilación a una presión de 0,5 - 2 atmósferas de sobrepresión. Este procedimiento tiene, sin embargo, el inconveniente de que se evacúan cantidades mayores de ácido fluorhídrico con el gas de escape correspondientes a la presión parcial del ácido fluorhídrico, de modo que se produce una pérdida de aproximadamente 5% del ácido en bruto empleado.

Ahora se ha hallado que este inconveniente de la pérdida del ácido fluorhídrico puede reducirse considerablemente si se agrega durante la destilación del ácido fluorhídrico un gas inerte, como por ejemplo aire o nitrógeno. Adecuadamente se introduce el gas inerte entre la cabeza de la columna y el refrigerante de reflujo de la instalación de destilación en ésta.

Por el gas inerte no condensable se conserva la presión en el refrigerante de reflujo no obstante a la temperatura más baja, sin que al alambique de la instalación de destilación tenga que suministrársele más calor. Además puede bajarse mucho la presión parcial del ácido fluorhídrico en el refrigerante de reflujo.

El gas inerte se emplea al mismo tiempo como medio de arrastre para las impurezas ligeramente volátiles como  $\text{SO}_2$  y  $\text{H}_2\text{SiF}_6$ , de modo que la pérdida de ácido fluorhí-



275334

drico puede mantenerse por debajo del 1%.

Un ejemplo de ejecución de una instalación para realizar el procedimiento según el invento se ha representado en el dibujo.

5 Con 1 se ha designado una columna de destilación con alambique de destilación 2, cuya columna se encuentra en comunicación con un refrigerante de reflujo 5 por un conducto de entrada 3 y un conducto de retorno 4. A la columna de destilación 1 está empalmada, por medio de un conducto 6, una  
10 bomba 7 dosificadora, que se halla en comunicación con el depósito de reserva 9 para el ácido fluorhídrico. En el conducto 3 de comunicación desemboca un conducto 10 para un gas inerte, que se conduce por medio de un instrumento de medida 11. Las impurezas ligeramente volátiles se evacúan a través de un conducto 12 empalmado en el refrigerante 5 de reflujo, en cuyo  
15 conducto está montada una válvula 13 reguladora de presión.

EJEMPLO 1

20 Con la bomba de dosificación 7 se bombean 50 kg HF/h con 0,4% SO<sub>2</sub> y 0,06% de H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub> en la columna de destilación 1. La temperatura del pozo importa 48°C a una presión de 1,5 atmósferas de sobrepresión. A través del aparato de medida 11 se insuflan 25 litros de aire por kg de HF, que vuelven a salir en la cabeza de la columna cargados con SO<sub>2</sub> y  
25 H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>. En estas condiciones importa el contenido de impurezas ligeramente volátiles en el pozo del alambique 2 todavía sólo 0,004% SO<sub>2</sub> respectivamente 0,004% de H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>. La pérdida de HF con los gases de escape importa todavía 1%.



275334

EJEMPLO 2

Con las mismas condiciones de ensayo que en el ejemplo 1 se agregaron solamente 12 litros de aire por kg de HF. El producto del pozo contenía en esta cantidad de gas de arrastre todavía 0,05% de SO<sub>2</sub> respectivamente 0,01% de H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>.

EJEMPLO 3

Con condiciones de ensayo por lo demás iguales que en los ejemplos 1 respectivamente 2 no se agregó ningún aire como medio de arrastre. Para llegar en el producto del pozo a los valores tan bajos de SO<sub>2</sub> respectivamente de H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>, como en el ejemplo 1, en estas condiciones en la cabeza de la columna tiene que extraerse 5% como gas de escape 5% del HF en bruto introducido. El producto del pozo contiene entonces todavía 0,005% de SO<sub>2</sub> respectivamente 0,005% H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>.

EJEMPLO 4

Nuevamente en las mismas condiciones que en el ejemplo 3, es decir sin gas inerte como medio de arrastre, se extrae en la cabeza de la columna con el gas de escape solamente el 2% del HF introducido. Los valores analizados en el producto del pozo aumentan por ello a 0,03% de SO<sub>2</sub>, respectivamente 0,009% de H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>.

EJEMPLO 5

Los mismos ensayos sin gas de arrastre como en el 3 y 4 se realizan a 0,5 atmósferas de sobrepresión respectivamente a 33°C. Con el gas de escape se pierde 5% del HF introducido. En el producto del pozo puede comprobarse todavía la existencia de 0,008% de SO<sub>2</sub> respectivamente de 0,01% de H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>.



275334

La composición de los resultados de la Tabla I muestra claramente que con aire como gas de arrastre la pérdida de HF en el gas de escape puede reducirse desde 5% a 1%. En ello se obtienen en el producto del pozo los valores igualmente bajos de SO<sub>2</sub>, respectivamente de H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>.

5

T A B L A I

=====

Núm- plo.	Presión	Temperatura Colum- na.	Gas de escape	Aire de HF	Pérdida de HF en gas de escape	Producto de pozo	
						SO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub>
1	1,5	48	0	25	1,0 %	0,004 %	0,004 %
2	1.5	48	0	12	0,2 %	0,05 %	0,01 %
3	1.5	48	20	-	5,0 %	0,005 %	0,005 %
4	1,5	48	20	-	2,0 %	0,03 %	0,009 %
5	0.5	33	20	-	5,0 %	0,008 %	0,01 %

10

También pueden obtenerse efectos análogos si se introduce el gas inerte en otro lugar, por ejemplo, directamente en la columna 1, como se ha indicado por rayado en el dibujo en 14.



275334

N O T A

.....  
La presente patente de invención consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para la purificación de ácido fluorhídrico técnico respecto a impurezas ligeramente volátiles como  $SO_2$  y  $H_2SiF_6$ , caracterizado porque durante la destilación del ácido fluorhídrico se agrega a este un gas inerte.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque al ácido fluorhídrico se le añade aire o nitrógeno.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el gas inerte se introduce entre la cabeza de la columna y el refrigerante de reflujo de la instalación de destilación, en ésta.

20 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el gas inerte se introduce directamente en la columna de destilación.

25 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la presión en el refrigerante de reflujo se mantiene por el gas inerte no condensable sin suministro de calor adicional en el alambique.

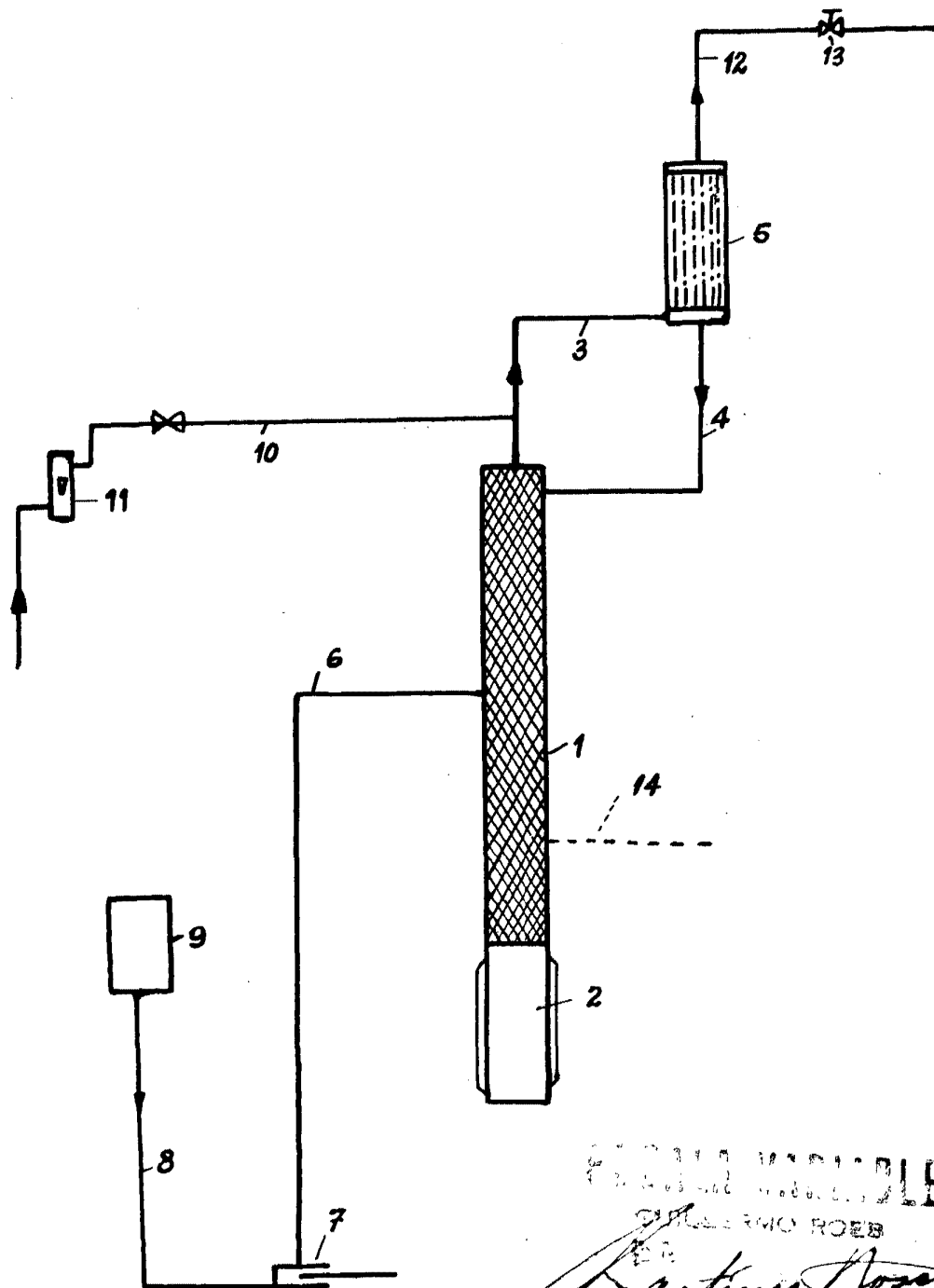
6.- Procedimiento para la purificación de ácido fluorhídrico técnico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva y se ilustra con los dibujos que a la misma se acompañan. Consta esta memoria de seis hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid - 9 MAR 1962

GUILLEMO ROBB

275354



GRUPPO INDUSTRIALE  
GIULIO ROEB

*Arturo Rossi*