

306515

P - 27.884

Caso S.64/5



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de SOLVAY & CIE, entidad belga, establecida en 33
Prince Albert, Ixelles, Bruselas, Bélgica, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA ELIMINACION DE LOS TRIHALOGE-
NUROS DE NITROGENO DESDE LAS MEZCLAS QUE LOS CONTIENEN"

El presente invento concierne a un procedimiento para
la eliminación de los trihalogenuros de nitrógeno desde las mez-
clas que los contienen. Más particularmente concierne a un pro-
cedimiento para la destrucción del tricloruro de nitrógeno con-
tenido en mezclas gaseosas o líquidas, por ejemplo en las mez-
clas que contienen cloro gaseoso o líquido y tricloruro de ni-
trógeno.

Se sabe que los trihalogenuros de nitrógeno son com-
puestos muy inestables cuya descomposición puede ser acompañada
frecuentemente de violentas deflagraciones. Como los trihaloge-

306515



nuros de nitrógeno se encuentran en buen número de mezclas que contienen halógenos, conviene eliminarlos por razón de su inestabilidad. Hasta ahora se han utilizado procedimientos térmicos o fotoquímicos para destruir los trihalogenuros de nitrógeno.

5 Estos procedimientos no pueden dar satisfacción ya que, además de que son costosos y difíciles de emplear, no conducen a una destrucción total de los trihalogenuros de nitrógeno, lo que implica que no puede ser depurada una mezcla que no contenga más que una pequeña cantidad de estos contaminantes.

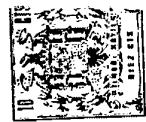
10 El procedimiento que es el objeto de este invento permite evitar estos inconvenientes sin necesitar emplear medios especiales. Conduce a la destrucción total y rápida de los trihalogenuros de nitrógeno incluso si la mezcla de partida no contiene de éstos más que una ínfima parte.

15 Otras ventajas aparecerán seguidamente.

La demandante ha comprobado con gran sorpresa que mezclas, que contenían trihalogenuros de nitrógeno, como impurezas, podían ser depuradas de manera simple y rápida poniéndolas en contacto con una aleación de níquel-cobre conocida con el nombre
20 de Monel. Preferentemente esta aleación se emplea al estado de polvo basto, o mejor al estado de virutas.

En esta memoria, se entiende por metal Monel las aleaciones que contienen 60 a 70% de Ni, 25-35% de Cu, 1-3% de Fe, 0,25-2% de Mn, 0,02 a 1,5 % de Si y 0,3-0,5% de C (Bennett-Con-
25 cese Chemical and Technical Dictionary - 1962). Estas aleaciones pueden contener eventualmente pequeñas cantidades de Co y de Al.

La demandante no ignora que se sabía destruir los trihalogenuros de nitrógeno, particularmente el tricloro, por medio de cobre o de níquel; sin embargo estos metales no pueden des-
30 truir completamente los trihalogenuros de nitrógeno y su acción



es bastante lenta. No se podía esperar que la combinación de cobre y de níquel en el Monel condujese a los resultados comprobados por la demandante, cuyos resultados muestran un efecto sinérgico considerable, especialmente con relación a una
5 mezcla sintética cobre-níquel. Estos efectos se mostrarán más adelante.

El procedimiento que constituye el objeto del invento es excesivamente simple de emplear: en el caso de mezclas gaseosas, basta hacer pasar a estas por un filtro constituido por un
10 apilamiento de virutas o de granos bastos de Monel. En el caso de un líquido, se introduce una determinada cantidad de virutas de Monel en el medio y se les deja actuar durante un tiempo determinado.

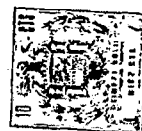
La aleación permanece activa largo tiempo y se puede
15 regenerar fácilmente tratándola con agua, a fin de disolver las sales formadas en su superficie, y secándola correctamente (por ejemplo por tratamiento con acetona y ventilación en una corriente de aire).

La demandante ha comprobado también que si el cloro
20 líquido o gaseoso contenía bromo en cantidad superior a 100 p.p.m. convenía someterlo a un tratamiento previo de desbromación a fin de llevar el contenido en bromo a un valor inferior a 100 p.p.m. para sacar todo el provecho del procedimiento que resulta el objeto del presente invento.

25 El invento se explica refiriéndose a los ejemplos siguientes dados a título ilustrativo y, aunque estos ejemplos conciernen a la depuración del cloro en tricloruro de nitrógeno, no limitan en nada el alcance del invento.

30 Ejemplo 1: Este ejemplo se da a título comparativo;

306515



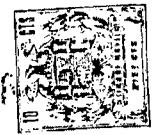
5 concierne al tratamiento de cloro gaseoso que contiene cantidades variables de tricloruro de nitrógeno (expresadas en partes por millón) con virutas de cobre, con virutas de níquel o una mezcla de virutas de cobre y de níquel, estando el cobre y el níquel en una proporción en peso de 30/70, es decir muy sensiblemente la proporción de estos metales en el Monel.

El filtro utilizado tiene una altura de 120 mm. y un diámetro de 45 mm. La velocidad de circulación del cloro es de 20 cm/seg. Se opera a la temperatura ambiente.

Naturaleza del Filtro	Cobre		Níquel		Cobre + Níquel	
	NCl ₃ ppm		NCl ₃ ppm		NCl ₃ ppm	
	antes de la filtración	después de la filtración	antes de la filtración	después de la filtración	antes de la filtración	después de la filtración
	1042	418	573	128	200	134
	669	389	437	147	189	175
	334	118	298	155	177	126
	264	80	224	141	155	90
	230	120	204	149		
	182	146				
	170	58	126	51		
	143	35	106	33		
	107	31	71	59		
	82	27	53	26		

Por debajo de una determinada cantidad de tricloruro de nitrógeno, el efecto del cobre, del níquel o de la mezcla

306515



cobre-niquel resulta nulo.

Ejemplo 2: Se parte de las mismas condiciones que en el ejemplo 1 y se utilizan como elemento de relleno del filtro virutas de Monel de constitución: Ni 65% - Cu 31% - Fe 1,5 % SiO₂ 3% - Mn 0,8 % - C 0,2% - O₂ 0,4%

5

10

NCl ₃ ppm	antes de la filtración	1085	1075	1062	988	531	485	431
	después de la filtración	262	204	207	242	97	90	81
NCl ₃ ppm	antes de la filtración	341	328	317	242	233	< 233	
	después de la filtración	65	88	70	2	0	0	

15

Con la velocidad escogida de circulación, es decir de 20 cm/seg. lo que corresponde a un tiempo de contacto de 0,6 seg. aproximadamente, la destrucción del tricloruro de nitrógeno es completa mientras su contenido no pase de 250 ppm aproximadamente. Para contenidos más elevados basta alargar el tiempo de contacto de la mezcla gaseosa y del filtro de una manera conveniente.

20

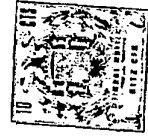
25

El procedimiento se ha utilizado con éxito en una instalación industrial. Se ha dispuesto, sobre el colector de cloro concentrado de una celda de electrolisis con cátodo de mercurio, un filtro de 150 mm. de diámetro y 500 mm. de altura. El contenido en tricloruro de nitrógeno del cloro concentrado ha variado de 3 a 6 ppm.

30

Al cabo de 10 semanas han sido tratadas 231 toneladas

308515



de cloro y la destrucción del tricloruro de nitrógeno sigue siendo total. No se puede llegar a un resultado parecido con los procedimientos anteriormente conocidos.

5 Ejemplo 3: Este ejemplo se refiere a la destrucción del tricloruro de nitrógeno en el cloro líquido. A este efecto, se introducen virutas de Monel en el cloro líquido y se dejan actuar hasta el momento de la destrucción total del tricloruro de nitrógeno.

10

	NCl ₃ ppm			
Contenido inicial	88	473	544	1258
después de 15 minutos	44	325	211	888
después de 2 1/2 horas	0	141	90	484
después de 4 1/2 horas		0	0	177
después de 6 horas				0

15

20

Es evidente que para evitar tener tricloruro de nitrógeno en el cloro líquido es preferible tratar el cloro al estado gaseoso, ya que en este es más rápida la destrucción total del contaminante. Sin embargo, el ejemplo anterior muestra que el procedimiento es aplicable en el caso del cloro líquido, y si por una razón cualquiera conviene evacuar completamente un recipiente que contiene cloro líquido (por ejemplo a fin de proceder en él a reparaciones: soldadura, etc.....) la presencia del tricloruro de nitrógeno, que necesitaba adoptar precauciones particulares (por ejemplo lavado con disolventes clorados), no plantea ya ningún problema.

25

30

La presente solicitud, que corresponde a la presentada



en Bélgica el 21 de Febrero de 1.964, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1º. - Un procedimiento para la eliminación de los trihalogenuros de nitrógeno desde las mezclas que los contienen, caracterizado porque estas mezclas son puestas en contacto con una aleación de cobre y níquel conocida con el nombre de metal Monel.

20

2º. - Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el metal Monel se emplea al estado de virutas.

25

3º. - Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el metal Monel se emplea al estado de polvo basto.

4º. - Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la mezcla gaseosa que contiene el (los) trihalogenuro (s) de nitrógeno es hecha pasar por un filtro constituido por un apilamiento de virutas y/o de polvo de metal Monel.

30

5º. - Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque a la mezcla líquida que contiene el (los) trihalogenuro (s) de nitrógeno se añaden virutas y/o polvo basto de metal Monel.

306515



5 6º. - Un procedimiento para la depuración de cloro gaseoso en tricloruro de nitrógeno, según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque se hace pasar al cloro sobre un apilamiento de virutas de metal Monel, dependiendo el tiempo de contacto del cloro con el apilamiento para la destrucción total del tricloruro de nitrógeno, del contenido del cloro en tricloruro de nitrógeno.

10 7º. - Un procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el tiempo de contacto del cloro con el apilamiento de virutas de metal Monel es de 0,5 seg. siempre que el contenido del cloro en tricloruro de nitrógeno no sea superior a 250 ppm.

15 8º. - Un procedimiento para la depuración de cloro líquido en tricloruro de nitrógeno según las reivindicaciones 1-3 y 5, caracterizado porque se dispone metal Monel en virutas o al estado de polvo basto en el cloro líquido.

20 9º. - Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el cloro sufre un tratamiento previo de desbromación a fin de llevar su contenido en bromo a un valor inferior a 100 ppm.

10º. - Un procedimiento para la eliminación de los trihalogenuros de nitrógeno desde las mezclas que los contienen.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han ilustrado.

308515



Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a
máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

P. A. 29. IV. 1964

Arca

AC=

M. S. S.