

4 OCT. 1965

318102

P - 29.575

6499 spa/Dr. Mi/Hae



318102

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de DYNAMITE NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, establecida en Troisdorf/Bez.Köln, República Federal Alemana, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCION DE CANTIDADES PEQUEÑAS DE ACIDO FLUORHIDRICO CONTENIDO EN ACIDO CLORHIDRICO".

La mayoría de los procedimientos de fluoración de compuestos orgánicos se basan en un intercambio de halógenos entre compuestos que contienen ácido fluorhídrico y cloro. Con ello se produce ácido clorhídrico anhidro, que tan sólo puede ser liberado muy difícilmente de los últimos vestigios de ácido fluorhídrico. Ello hace que este producto secundario, en sí relativamente valioso, resulte inservible para casi todos los fines. Por ello han sido propuestos ya, además de la dificultosa separación por vía destilativa, también procedimientos químicos para eliminar el ácido fluorhídrico.

318102



Entre ellos pueden citarse, por ejemplo, la separación mediante gel de sílice a presión elevada, y la separación por medio de ácido clorhídrico acuoso muy concentrado, eventualmente con adiciones de sales metálicas, en especial sales de calcio o de aluminio.

En uno de estos casos es la compresión de gases tan agresivos un factor de perturbación, y en el otro, el elevado riesgo de corrosión debido a las soluciones acuosas de ácido clorhídrico concentradas. También representa un obstáculo insalvable para algunos fines de aplicación la formación de compuestos de fluor volátiles, tales como, por ejemplo, SiF_4 ó BF_3 , que se forman en otro procedimiento conocido.

Se ha descubierto ahora que, a presión normal y temperatura normal, resulta posible eliminar en un procedimiento, sin emplear agua, totalmente el ácido fluorhídrico contenido en el ácido clorhídrico, sin necesidad de grandes gastos y, además, sin que se presenten molestos compuestos volátiles de fluor, para lo cual se hace fluir el ácido clorhídrico a través de una capa rica en superficie de Al_2O_3 ó AlO(OH) . Es verdad que se sabía ya que estos compuestos reaccionan con HF, pero no era de esperar que esta reacción pudiera transcurrir tan fácilmente y, sobre todo, de manera tan completa, a diluciones sustancialmente por debajo de uno por ciento.

El AlF_3 que se produce, o bien también al principio el AlOF , no es volátil. Incluso no se halló tampoco la presencia de vapor de agua empleando AlO(OH) como material de partida, sino que, por el contrario, la cantidad relativamente pequeña de agua se combina con el AlF_3 o con el óxido



de aluminio, rico en superficie. El aprovechamiento del agente de absorción, si bien no alcanza el 100%, es no obstante relativamente elevado, llegando hasta aproximadamente 60% por término medio, de modo que el consumo de material no es elevado. Convenientemente se emplea el compuesto oxidico de aluminio absorbente en forma granulada, para mantener baja la resistencia a la corriente, si bien puede llevarse a cabo la reacción también con un polvo de partícula fina.

El material de absorción consumido, que se produce después de la saturación con HF, puede seguir siendo aprovechado como fuente valiosa de fluor, por ejemplo, para la fabricación de criolita; no representa, por lo tanto, un producto de desecho sin valor que tenga que ser eliminado.

Ejemplo:

Un tubo de 80 mm de diámetro interior, se llenó con alúmina activada en forma de esferas de 3 - 5 mm de diámetro, con una altura de capa de 200 mm. El peso de la capa ascendió a 9 kg. A través de esta capa de absorción se hizo pasar durante varios días una corriente de $6 \text{ m}^3/\text{h}$ de HCl, que contenía entre 0,25 y 0,5 % de HF. En estas circunstancias fué el tiempo de permanencia de 6 segundos. Hasta que no fueron absorbidos 2,4 kg de HF, no pudo comprobarse la presencia de HF a la salida. El contenido de las esferas de óxido, que no habían variado sustancialmente su forma, ascendió en el extremo inferior de la capa a aproximadamente 22% de F, y a alrededor de 12 % de F en el extremo superior.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 6 de Octubre de 1964, bajo el núm. D 45.573 IVa/12i, se acoge a los beneficios del ar-

318102



título 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

5

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

10 1º. - Un procedimiento para la extracción de cantidades pequeñas de ácido fluorhídrico contenido en ácido clorhídrico, caracterizado por hacerse pasar el gas a temperatura ambiente por óxido de aluminio y/o hidróxido de aluminio.

15 2º. - Un procedimiento para la extracción de cantidades pequeñas de ácido fluorhídrico contenido en ácido clorhídrico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

20 Esta Memoria consta de cuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 4 OCT. 1965

P. A.

Albano de Ezequiel
Por Poder

DG/III. 211