

348895



PATENTE DE INVENCION  
por 20 años

por "Un procedimiento para obtener un material sólido sorbente selectivo" - - - - -

a favor de THE BRITISH PETROLEUM COMPANY LIMITED, de nacionalidad británica, domiciliada en: Britannic House, Moor Lane, LONDON, E.C.2. (Gran Bretaña).

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

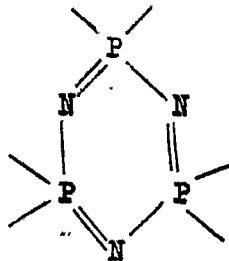
La presente invención se refiere a combinaciones sorbentes selectivas.

En los últimos años ha habido un gran interés en los normales materiales sólidos que pueden sorber selectivamente los componentes de una mezcla líquida o gaseosa, y de los cuales el componente sorbido puede ser convenientemente separado, y especialmente en aquellas sustancias que mantienen su forma sólida después de la separación de los componentes sorbidos. Recientemente sorbentes potencialmente provechosos no-zeolíticos han sido formados, y la producción y uso de estos materiales es examinada en las solicitudes de patente británicas números 38705/65, 38706/65 y 18387/66.

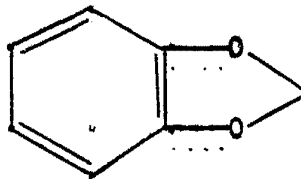


Los materiales examinados en las citadas solicitudes de patente y referidos en ellas como "materiales tipo PNT" tienen un núcleo ciclotrifosfaceno, es decir, tienen una estructura nuclear básica:

5



El material preferido es aquel en el cual el grupo



está enlazado a cada átomo de fósforo de la estructura básica, es decir, el compuesto preferido es el tris-(o fenileno-dioxi)-ciclotrifosfaceno (TPNT).

Los materiales tipo-PNT referidos en las citadas solici-  
10 citudes de patente son sorbentes selectivos, el término "sor-  
bentes" siendo definido para incluir adsorbentes y absorben-  
tes. Los sorbentes selectivos pueden ser combinados con otros  
materiales al fin de aumentar la resistencia mecánica de la  
composición y la posibilidad de aumentar su área superficial  
15 efectiva. El otro material debe deseablemente ser intrínse-  
camente no-sorbente, catalíticamente inerte y presente en una  
menor cantidad que la requerida para dar a la composición la  
requerida resistencia. Debe también ser inerte térmica y quí-  
micamente bajo las condiciones de uso de la composición.

20

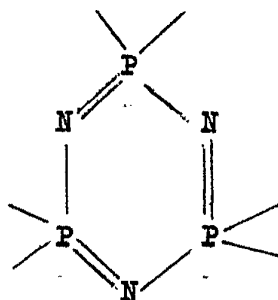
La solicitante ha comprobado que el uso de ciertas re-



5 sinas termoestables como ligadoras para los materiales tipo PNT suministran una composición de elevada resistencia mecánica y otras deseables propiedades físicas, pero con poca o sin reducción de actividad en comparación a la sustancia suelta, y no indeseable actividad catalítica.

Si se desea un material más satisfactorio puede ser usado en unión con la resina sintética.

10 La invención en consecuencia consiste en un procedimiento para obtener un material cuya composición comprende un compuesto capaz de formar una inclusión completa más fácilmente con uno o más componentes de una mezcla que comprende componentes seleccionados de hidrocarburos alquenilaromáticos teniendo 8 o 9 átomos de carbono por molécula que con otros componentes, y teniendo la estructura nuclear básica:



15 y una o más resina termostable curada teniendo una temperatura de descomposición no menor que la de dicho compuesto, y siendo resistente a los componentes de dicha mezcla a temperaturas superiores a esta temperatura de descomposición.

20 La temperatura de descomposición de la resina o del material tipo-PNT es definida como siendo la temperatura mínima a que ocurre la degradación sustancial.

Resinas termoestables convenientes pueden ser seleccionadas de las resinas epóxido, resinas poliésteres, resinas



amínicas, resinas fenólicas y poliuretanos. La temperatura de descomposición del material tipo-PNT es un factor regulador que afecta un proceso de reparación usándolo, y claramente la resina usada debe ser capaz de resistir temperaturas superiores a lo menos a esta temperatura de descomposición. Debe también resistir cualquier acción disolvente ejercida por los componentes sorbidos o los componentes no sorbidos en uso, y es preferido, para que reúna ambos requerimientos, que la temperatura de descomposición de la resina no sea menor que 200° C.

La composición de la invención puede contener sobre el 50 % en peso del material tipo-PNT de la resina curada y de preferencia de 5 a 25 % en peso.

Las resinas termoestables pueden ser autocurables, por ejemplo por aplicación de calor, o pueden ser curadas por aplicación de un agente de curado o endurecedor. Este endurecedor puede obrar entre sí con el material tipo-PNT para producir efectos indeseables tales como una reducción de la resistencia mecánica de la composición resina-PNT si una resina tal es curada en presencia del material tipo-PNT, como es deseable, y es por esto preferido en este caso que cualquier separado o externo endurecedor usado no pueda obrar entre sí con el material tipo-PNT. En particular, es deseable que los endurecedores tipo-amina, tal como la hexamina, no se usen, y los endurecedores tipo-anhídrido, por ejemplo anhídrido maleico, son preferidos. Las resinas autocurables son, no obstante, preferidas a las resinas curadas por agentes químicos externos.

Las resinas pueden ser líquidas o sólidas en su estado no curado (miradas como estando a temperatura ambiente). Una re-



sina líquida puede ser de un modo inherente así, o puede ser una solución o dispersión en un disolvente tal como metanol, etanol o acetona. Es preferible usar una resina sólida.

Las composiciones resina-PNT tienen propiedades físicas considerablemente mejores comparadas al PNT suelto. En particular el TPNT se ha comprobado que tiene buenas propiedades sorbedoras cuando está compuesto con una resina así como propiedades físicas mejoradas comparadas con TPNT suelto. Esto es sorprendente ya que el TPNT forma, en unión con el componente o componentes sorbidos, espaciamientos periódicamente repitiendo estrías o poros dentro los cuales los componentes sorbidos se ajustan, y es de creer que probablemente la resina bloquea los poros y con esto causa la deterioración de la eficiente separación.

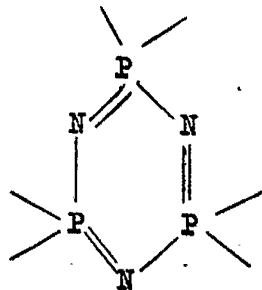
De preferencia durante la preparación de la composición se debe asegurar que no ocurra el bloqueo de los poros que contiene el material. Es además deseable que el material poroso se volatilice durante el curado de la resina, ya que esto mejora la eficiencia sorbedora de la composición final. Está postulado que este material volatilizable, con abandono de los poros del sorbente a través la resina durante la curación, extiende los poros a la superficie de la resina y de este modo los hace accesibles a los componentes sorbibles, ya que los materiales tipo-PNT referido, y el TPNT en particular, solamente forman estrías complejas en presencia de los componentes sorbidos, el último convenientemente suministra el material volatilizable durante la operación de curado. Este material puede ser, por ejemplo, elegido del benceno, tolueno y los xilanos. Si la resina sin curar es disuelta o dispersada en un



disolventes este puede convenientemente, pero no necesariamente, ser el mismo que el sorbato.

Si se desea el material tipo-PNT mismo pueda ser dispersado en un líquido. Esto facilitará la intermezcla de la resina y el sorbente, pero puede afectar adversamente las propiedades físicas de la composición final y en cualquier evento algo o todo de tal líquido deberá ser separado en alguna etapa durante la preparación de la composición. No obstante, si tal líquido es usado es preferible igualmente que en él la resina sea disuelta o dispersada y también cualquier componente sorbido.

El procedimiento de la invención consiste en preparar una composición que comprende un compuesto capaz de formar una inclusión total más fácilmente con uno o más componentes de una mezcla que comprende componentes seleccionados, de hidrocarburos alquilaromáticos que tienen 8 o 9 átomos de carbono por molécula e hidrocarburos alquenilaromáticos que tienen 8 o 9 átomos de carbono por molécula que con los otros componentes, y que tiene la estructura nuclear básica:



20 y una o más resinas sintéticas termoestables curadas teniendo una temperatura de descomposición no menor que aquella de dicho compuesto, y que son resistentes a los componentes de dicha mezcla a temperaturas sobre esta temperatura de descom-



sición, el cual comprende el mezclado de la resina no curada con dicho compuesto y la curación de la mezcla a una temperatura no mayor que 220° C. hasta que sustancialmente no ocurra ya pérdida de peso.

5 El curado es de preferencia efectuado a una temperatura entre los 100° C. y 200° C.

El preferido proceso de preparación de las composiciones de la invención variará según que la resina usada sea líquida o sólida. En el primer caso la resina y el material tipo-PNT  
10 son mezclados a fondo en proporciones tales que las finales composiciones curadas contienen las proporciones de resina indicadas antes, junto con un volumen de disolvente tal que una fina y consistente pasta es formada y ningún endurecedor se requiere. La pérdida de peso ocurrida en el curado debe ser  
15 tomada en cuenta. El disolvente es luego separado de preferencia por soplado de la pasta, extendida en una fina capa, con un gas inerte seco tal como nitrógeno. El material resultante es calentado, de preferencia en una fina capa, a una presión de 0 a 14 atmósferas y a una temperatura no mayor que 220° C.  
20 de modo de sacar el material en un polvo sualito libre minimizando el mismo tiempo la cantidad de curado de la resina. Así, por ejemplo, si el TPNT es el sorbente usado, el calentamiento debe de preferencia ser efectuado a una temperatura de desde 20 a 200° C., y más preferentemente desde 80 a 150° C. El  
25 polvo así obtenido es aglomerado (y preferiblemente granulado a través de un tamiz de malla 18 BSS y luego aglomerado).

El aglomeramiento es de preferencia de  $\frac{1}{16}$  de pulgada a  $\frac{1}{4}$  de pulgada de diámetro de aglomerado, y más preferiblemente desde  $\frac{1}{16}$  de pulgada a  $\frac{3}{16}$  de pulgada de diámetro de aglomera-



do. El original o repetido aglomerados son usados por calentamiento, de preferencia en una tina cepa en una atmósfera inerte a una presión de 1,36 atmósferas y a una temperatura no mayor que 220° C. Si el sorbente es TPNT, el curado es preferiblemente efectuado a 100-200° C., y más particularmente desde 120 a 170° C., a una presión preferida de 1,36 atmósferas, de preferencia de 0 a 0,68 atmósferas, durante 0.25 a 24 horas, en una atmósfera inerte.

Si se usa una resina sólida no curada es preferiblemente en forma de un fino polvo suelto libre. La resina y el material tipo-PNT son mezclados a fondo en la proporción indicada antes tomando en cuenta la pérdida de peso ocurrida durante el curado, y el material resultante es aglomerado y de preferencia granulado a través de un tamiz de malla 18 BSS antes de nuevo aglomerado. El aglomeramiento es de preferencia efectuado para producir aglomerados que tienen un diámetro de desde  $\frac{1}{16}$  a  $\frac{1}{4}$  de pulgada, y más preferiblemente desde  $\frac{1}{16}$  a  $\frac{3}{16}$  de pulgada. Estos aglomerados son curados bajo las condiciones citadas antes para las composiciones preparadas de resinas líquidas.

Aun cuando se ha descrito el aglomerado, y este es preferido, la composición puede estar formada de cualquier forma conocida. Puede, por ejemplo, alternativamente ser extruída, o ser tratada formando un sólido granular y usada como tal. Puede ser deseable ayudar la operación de formación por evaporación de parte de cualquier disolvente presente antes de tal formación y luego separación del resto del disolvente después de la formación o sustancialmente todo el disolvente pue-

de ser separado antes de la formación y el material seco formado.

Las composiciones de la invención pueden ser usadas en procesos para la separación de los componentes de mezclas que comprenden componentes seleccionados de hidrocarburos alquilaromáticos y alquilaromáticos C<sub>8</sub> y C<sub>9</sub>, por ejemplo, la separación de m- y p-xileno en fase líquida o de vapor, la última siendo la preferida. Tales procesos comprenden una etapa de absorción y una desadsorción con una purga intermedia facultativa. De preferencia la temperatura del proceso no debe exceder los 200° C. en ningún tiempo.

La invención es ilustrada por los siguientes ejemplos, de los cuales el ejemplo 3 es de comparación.

#### EJEMPLO 1

15 gramos de una resina epóxido líquida denominada por los fabricantes "Araldite AY 18", y la apropiada cantidad de endurecedor (denominado "HZ 18") fueron usados como una solución en 5 mililitros de tolueno.

El endurecedor era una solución de 4,4'-diaminodifenilmetano. La resina sola tenía una gravedad específica de 1.18, una viscosidad de 200-400 poises a 20° C. y un equivalente epóxido de 5.0 - 5.2 gramos por kilogramo de resina.

La solución fué adicionada a una dispersión de 85 gramos de tolueno conteniendo TPNT en 20 mililitros de tolueno. La mezcla fué muy agitada y el tolueno lentamente evaporado a una temperatura de 40° C. hasta obtener una pasta firme. Esta pasta fué extraída a través de un orificio de  $\frac{3}{16}$  de pulgada



y el extruido curado por calentamiento durante 3 horas a 130° C. a una presión de 200 milímetros de mercurio.

En un segundo método la preparación fué repetida pero la evaporación del tolueno bajo las condiciones de temperatura indicadas antes fué continuada después de la etapa de formación de la pasta hasta obtener un polvo seco. Una porción de este polvo fué aglomerado para formar aglomerados de  $\frac{1}{8}$  de pulgada y otra porción para formar aglomerados de  $\frac{3}{16}$  de pulgada, los cuales fueron curados bajo las mismas condiciones como la extrusión anterior.

La capacidad de sorbición del citado extruido y aglomerado para el p-xileno fué investigado en una comparación de sorbición. Esta mide la capacidad de sorbición y la proporción de sorbición y desorbición durante uno o más ciclos de sorbición y desorbición en términos del peso de la composición. La técnica consistió en la puesta en contacto de la composición con nitrógeno conteniendo el p-xileno durante la etapa de sorbición y desorbición con nitrógeno solo. Las condiciones de sorbición y desorbición fueron las siguientes:

Temperatura	150° C.
Presión	atmosférica
Ciclo: sorbición	nitrógeno (25 mililitros/minuto) + p-xileno (0.03 gramos/minuto)
desorbición	(presión parcial del p-xileno 150-180 mm. Hg) nitrógeno (25 mililitros/minuto)

Los resultados obtenidos fueron los siguientes.

$S_{2/3}^A$  y  $D_{2/3}^A$  fueron los tiempos tomados para obtener dos-ter-



cios del valor de equilibrio en la sorbición y desorbición respectivamente. La actividad fue definida como la relación de la cantidad de p-xileno sorbida por el TPNT presente a la cantidad máxima de p-xileno sorbible por aquella cantidad de TPNT a la misma temperatura y presión de vapor.

T A B L A 1

Naturaleza de la muestra	Tanto por cien en peso de resina	Tanto por cien de actividad	$S_{2/3}^A$ (mins)	$D_{2/3}^A$ (mins)
	Curado	Ciclos respectivos	Ciclos respectivos	
$\frac{3}{16}$ " diámetro del extruido	13.6	99	-	12.0
	18.2	74	1.2	18.0
	18.2	43	1.0	10.5
	18.2	76	0.6	11
	23	86	1.5	15
Aglomerado a máquina				
	5.7	100	1	13.2
	10.5	100	0.5	13.0
	13.6	90	1.0	29
	13.6	100	0.5	12
$\frac{3}{16}$ " diámetro	18.2	62	0.7	>30

En trabajo adicional fueron examinadas dos muestras en un reactor de lecho fijo de 200 mililitros. La primera muestra (muestra 1) era una composición que contenía 18.2 % en peso de resina después de curada y fue formada en extruidos de  $\frac{3}{16}$  pulgadas de diámetro. El segundo ejemplo (ejemplo 2) contenía 13.6 % en peso de resina después de curada y fue formada en aglomerados de  $\frac{1}{8}$  de pulgada de diámetro por  $\frac{1}{8}$  de pulgada de largo. La resina era aquella descrita antes y la preparación de



los aglomerados y extruidos fué también como la descrita antes. Las condiciones del proceso fueron las siguientes, una etapa de purga interpuesta entre las etapas de sorbición y desorbición para separar insorbidos y componentes de la superficie de sorbición.

El material de carga fué un 50:50 % en peso de mezcla de m- y p-xilenos en nitrógeno y la purga y gas de desorbición fué nitrógeno.

Temperatura	155° C.
Presión	atmosférica
Ciclo:	
Sorbición	0.8 LHSV material de carga + nitrógeno
purga	nitrógeno (190 GHSV) (7 GHSV)
desorbición	nitrógeno (190 GHSV)
Tiempos del ciclo	
sorbición	5 minutos
purga	1 $\frac{1}{2}$ minutos
desorbición	12 minutos aproximadamente

Los resultados obtenidos se dan en la Tabla 2.

T A B L A 2

	Muestra 1	Muestra 2
Peso TPNT/ml de volumen de reactor	0.44 gr.	0.56 gr.
Tanto por cien de TPNT activo	70 %	100 %
Proporción de sorbición	lenta	más rápida que 1
Proporción de desorbición	lenta	más rápida que 1



T A B L A 2

	Muestra 1	Muestra 2
Pureza del p-xileno de la desorbición después de 1 $\frac{1}{2}$ minutos	60	65
4 $\frac{1}{2}$ minutos	85	77
13 minutos	85	87
(incluyendo 1 $\frac{1}{2}$ minutos de purga)		

EJEMPLO 2

Las composiciones fueron preparadas de TPNT y la resina expósido líquida del ejemplo 1. La preparación fue como la descrita en aquel ejemplo excepto que una composición (A) curada contenía 13 % en peso del TPNT de resina y la otra (B) contenía 12.5 % en peso de resina. En ambos casos el material no curado fue formado en aglomerados de  $\frac{1}{8}$  de pulgada por  $\frac{1}{8}$  de pulgada y luego curado.

Las propiedades de las composiciones aglomeradas fueron las siguientes:

- 10 (a) volumen del poro (por inyección de mercurio y tomada en una muestra combinada de A y B); 23.18 %
- (b) distribución del tamaño del poro (en una muestra combinada de A y B);
- 15 principalmente entre 1.4 microns y 0.2 microns



(c) resistencia al desgaste; equivalente a 65 % residual a un tamiz de malla 12 BSS, después de una prueba efectuada como sigue:

5           20 gramos de aglomerados y bolas de acero de  $3 \times \frac{3}{8}$  pulgadas de diámetro de eje fueron puestos en rotación en un frasco de 6 cm. de diámetro por 9 de largo. El frasco puesto en rotación sobre su eje en un plano horizontal durante 48 horas a  
 La 50 revoluciones por minuto. Su resistencia al desgaste fué establecida para ser el por cien en peso retenido en el tamiz después de la prueba.

etc. más

(d) dureza; como la determinada por la prueba ASTM E.110 en una pistola con mango Pfizer de prueba de dureza (presión requerida para producir una primera señal de desintegración del aglomerado)

15           A; 1.976 atmósferas  
               B; 1.772 atmósferas

(e) respectivos tamaños de partícula

              A; 20-30 micrones  
               B; 1-3 micrones

(f) proporciones de sorbición y actividad para p-xileno

20	<u>actividad</u>	$S_{2/3}^A$	$D_{2/3}^A$
	A; 100 %	54 segundos	10.9 minutos
	B; 83 %	1.1 minutos	14.5 minutos

EJEMPLO 3

Este es un ejemplo en el cual algunas de las propiedades del TPNT suelto son expuestas.



Se prepararon aglomerados de  $\frac{3}{16}$  de pulgada por  $\frac{3}{16}$  de pulgada de TPNT teniendo un tamaño medio de partícula de 50-70 micrones, usando 2 % de estearato de aluminio como lubricante. La dureza de estos aglomerados, establecida como se ha descrito en el ejemplo 2, era de 1.158 atmósferas.

Una investigación comparativa de sorbición fué efectuada en estos aglomerados usando p-xileno. La carga fué definida como peso de p-xileno sorbido como un porcentaje del peso de TPNT ("peso más ajustado").

Los resultados fueron:

- carga; 1 % de peso más ajustado
- actividad; 10 %
- $S_{2/3}^A$ ; 4 minutos
- $D_{2/3}^A$ ; 16 minutos

Se efectuó también una aplicación al reactor con aglomerados de TPNT sueltos de  $\frac{1}{8}$  de pulgada por  $\frac{1}{8}$  de pulgada como sigue:

A 200 mililitros de volumen de reactor conteniendo 120 gramos de TPNT se usaron y el material de carga al reactor fué equivolumen p- y m-xilenos. Las condiciones usadas fueron:

Temperatura	155° C
Presión	atmosférica
Ciclo:	
sorbición	0.5 LHSV material de carga
purga	190 GHSV nitrógeno, tiempo del ciclo $1 \frac{1}{4}$ minutos
desorbición	190 GHSV nitrógeno, tiempo del ciclo 6 minutos

En la sorbición, la carga fué 5 % de peso más ajustado



después de 45 minutos. En la purga y en la desorción, la pureza máxima del p-xileno fué 85 % después de 30 minutos de desorción.

5 La carga fué más elevada que en la investigación comparativa de sorción anterior, a causa de que el material de carga estuvo en contacto con los aglomerados durante un periodo más largo que en la aplicación al reactor de trabajo.

10 Los aglomerados fueron desmenuzables después de sometidos a ciclación repetida bajo las condiciones citadas durante 6 horas. La actividad fué baja y las proporciones de sorción y desorción fueron también bajas. La carga fué baja, pero el valor dado no fué obtenido por equilibrio.

#### EJEMPLO 4

15 La resina usada fué una resina líquida fenolformaldehído denominada por los fabricantes "Lowe U.640", disuelta en metanol sin la adición de un endurecedor para dar una solución que tiene una concentración de 40 gramos/100 mililitros.

20 20 gramos de cristales de TPNT en partículas de tamaño menor que 50 micrones fueron mezclados íntimamente con 5 gramos de la resina junto con 10 mililitros de acetona para dar una fina pasta consistente. La pasta fué secada por soplado con nitrógeno seco hasta que todo el disolvente se evaporó. El polvo 'glutinoso' resultante fué calentado durante 5 minutos en una fina capa en un horno a 120° C. para obtener un polvo flúido libre.

25 El polvo fué luego aglomerado en una máquina de aglomerados Manesty después de lo cual los aglomerados resultantes fueron granulados a través de un tamiz de malla 18 BSS antes



de volver a formar otros aglomerados de  $\frac{1}{8}$  pulgadas de diámetro por  $\frac{1}{8}$  pulgadas de largo teniendo una densidad de unión de 1.15 gramos por mililitro.

Los aglomerados fueron curados por calentamiento a 160° C. durante 45 minutos bajo nitrógeno en un horno al vacío a 250 mm. Hg. absolutos para dar una composición que contiene 8 % en peso del TPNT en resina. Los aglomerados finales tenían las siguientes propiedades:

- (a) proporción de sorbición para p-xileno  $S_{2/3}^B$  -  
= 0.40 minutos
- $D_{2/3}^B$  -  
= 11.5 minutos

10

$S_{2/3}^B$  y  $D_{2/3}^B$  fueron los tiempos tomados para alcanzar dos tercios de toma máxima de p-xileno y para la desorción de dos tercios del máximo tomado respectivamente bajo las condiciones siguientes:

15

---

Temperatura	160° C.
Presión	atmosférica
Ciclo:	
sorbición	p-xileno a 220 mm Hg parcial
desorción	presión en nitrógeno
desorción	nitrógeno de arrastre a proporción de flujo de nitrógeno de 30 mililitros/minuto a través de un recipiente de 1.5 cm. de diámetro conteniendo en suspensión un 'bucket' de 120 miligramos de aglomerados TPNT.

---

20

- (b) dureza: 1.09 atmósferas
- (c) resistencia al desgaste: equivalente a 67.0 % retenido en un tamiz de malla, 12 BSS.



EJEMPLO 5

La resina usada fué una resina sólida fenolformaldehido conteniendo aproximadamente 8 % de hexamina como endurecedor denominada "Thor TSM" por los fabricantes.

20 gramos de cristales de TPNT de partículas de tamaño menor que 50 micrones fueron mezclados con 5 gramos de resina para formar un consistente polvo fino. El polvo fué aglomerado en una máquina aglomeradora Manesty y luego regranulado a través de un tamiz de malla 18 BSS y vuelto a aglomerar para formar aglomerados de  $\frac{1}{8}$  pulgadas de diámetro por  $\frac{1}{8}$  pulgadas de longitud teniendo una densidad de 1.15 gr/ml.

Los aglomerados resultantes fueron curados a 160° C. en un horno de vacío bajo nitrógeno, a una presión de 250 mm. Hg. durante 45 minutos para dar una composición conteniendo 20 % en peso de la resina de TPNT. Los aglomerados tenían las siguientes propiedades.

- (a) proporción de sorbición para p-xileno  $S_{2/3}^B =$   
= 0.45 minutos
- $D_{2/3}^B =$   
= 20.6 minutos

siendo las condiciones las mismas que las del ejemplo anterior.

(b) dureza 1.09 atmósferas

(c) resistencia al desgaste: 83.5 % residual en un tamiz de malla 12 BSS.

Las proporciones de sorbición y resultados de la prueba para aglomerados TPNT no soportados bajo las mismas condiciones usadas en el ejemplo 2 y este ejemplo, fueron:



S<sup>B</sup><sub>2/3</sub>; 0.4 minutos

D<sup>B</sup><sub>2/3</sub>; 19.0 minutos

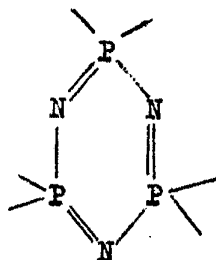
Dureza = 0.681 atmósferas

Resistencia al desgaste = 47.5 % residual en un tamiz de malla 12 BSS.

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

- 1.- Un procedimiento para la obtención de un material sólido sorbente selectivo, caracterizado por el hecho que consiste en preparar un compuesto capaz de formar una inclusión total más fácil con uno o más componentes de una mezcla que comprende componentes seleccionados de los hidrocarburos alquilarómáticos que tienen 8 o 9 átomos de carbono por molécula e hidrocarburos alquenilaromáticos que tienen 8 o 9 átomos de carbono por molécula que con los otros componentes, y que tiene la estructura nuclear básica.



y una o más resinas sintéticas termoestables que tienen una temperatura de descomposición no menor que aquella de dicho compuesto y que son resistentes a los componentes de dicha



14 D

- 20 -

mezcla a la temperatura de descomposición de éstos, cuya preparación comprende el mezclado de la resina no curada con dicho compuesto y el curado de la mezcla a una temperatura no mayor que 220° C. hasta que no ocurre pérdida sustancial de  
5 paso.

2.- Un procedimiento tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho que el curado es efectuado a una temperatura entre 100 y 200° C.

3.- Un procedimiento tal como el especificado en 1 o 2, caracterizado por el hecho que dicho compuesto es el tris -  
10 - (o-fenilenedioxi) ciclotrifosfaceno.

4.- Un procedimiento tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 3, caracterizado por el hecho que la resina es seleccionada de aquellas resinas epóxido, resinas poliéster, resinas amino, resinas fenólicas y poliuretanos que tienen una temperatura de descomposición no menor que 200° C.  
15

5.- Un procedimiento tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 4, caracterizado por el hecho que dicha resina es de auto-curado.  
20

6.- Un procedimiento tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 4 caracterizado por el hecho que la resina es curada por medio de un agente endurecedor anhídrido.

7.- Un procedimiento tal como el especificado en 6, caracterizado por el hecho que el agente endurecedor es el anhídrido maleico.  
25

8.- Un procedimiento tal como el especificado en las reivindicaciones de 1 a 7, caracterizado por el hecho que la



resina es sólida en su estado de no curada.

6 9.- Un procedimiento tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 8, caracterizado por el hecho que la resina es curada en presencia de dicho compuesto.

10.- Un procedimiento tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 9, caracterizado por el hecho que dicho compuesto contenga material volatilizable durante el curado de la resina.

10 11.- Un procedimiento tal como el especificado en 10, caracterizado por el hecho que el material volatilizable es seleccionado del benceno, tolueno y los xilenos.

15 12.- Un procedimiento tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 7 y de 9 a 11, caracterizado por el hecho que la resina no curada es disuelta o dispersada en un disolvente.

13.- Un procedimiento tal como el especificado en 12, caracterizado por el hecho que el disolvente es idéntico que dicho material volatilizable durante el curado de la resina.

20 14.- Un procedimiento tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 7 y de 9 a 13, caracterizado por el hecho que la resina es líquida en su estado de no curada y es mezclada con dicho compuesto junto con cualquier endurecedor requerido y un volumen de disolvente tal  
25 como para formar una fina pasta consistente, el disolvente es separado por soplado con un gas inerte seco, el material resultante es calentado a una presión de 0 a 14 atmósferas y a una temperatura no mayor que 220° C. de manera de formar un polvo fluido libre, el polvo es aglomerado, y los aglomera-



dos son curados por calentamiento de una fina capa en una atmósfera inerte a una presión aproximada de 1.36 atmósferas y a una temperatura no mayor que 220° C.

5 15.- Un procedimiento tal como el especificado en 14, caracterizado por el hecho que dicho compuesto es tris-  
- (o-fenilenodioxo) ciclotrifosfaceno, el material obtenido después de separado el disolvente es calentado a una temperatura de 20 a 200° C., el polvo así obtenido es aglomerado, granulado a través de un tamiz de malla 18 BSS, aglomerado  
10 otra vez en aglomerados de  $\frac{1}{16}$  de pulgada a  $\frac{1}{4}$  de pulgada de diámetro, y estos aglomerados curados por calentamiento de 100 a 200° C. y una presión de 0 a 0.68 atmósferas durante 0.25 a 24 horas.

15 16.- Un procedimiento tal como el especificado en 15, caracterizado por el hecho que el material obtenido después de separado el disolvente es calentado a una temperatura de 80 a 150° C., el polvo así obtenido es aglomerado, granulado a través de un tamiz de malla 18 BSS, aglomerado otra vez en aglomerados de  $\frac{1}{16}$  de pulgada a  $\frac{3}{16}$  de pulgada de diámetro  
20 y estos aglomerados curados por calentamiento de 120 a 170° C.

25 17.- Un procedimiento tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 11, caracterizado por el hecho que la resina es sólida en un estado de no curada y en forma de fino polvo fluido libre, y es mezclada con dicho compuesto, el material resultante es aglomerado y los aglomerados son curados por calentamiento en una atmósfera inerte a una presión aproximada de 1.36 atmósferas y a una temperatura no mayor que 220° C.

18.- Un procedimiento tal como el especificado en 15, ca-



racterizado por el hecho que dicho compuesto es tris-  
- (o-fenilenodioxil) ciclotrirosiaceno, la resina y dicho compues-  
to con mezolados, el material resultante es aglomerado, los  
aglomerados son granulados a través de un tamiz de malla  
5 18 BSS y aglomerados otra vez en aglomerados de  $\frac{1}{16}$  de pul-  
gada a  $\frac{1}{4}$  de pulgada de diámetro y estos aglomerados curados  
por calentamiento de 100 a 200° C. y a una presión de 0 a  
0.68 atmósferas durante 0.25 a 24 horas.

10 19.- Un procedimiento tal como el especificado en 18,  
caracterizado por el hecho que el segundo aglomeramiento es  
efectuado de modo que se produzcan aglomerados de  $\frac{1}{16}$  de pul-  
gada a  $\frac{3}{16}$  de pulgada de diámetro y estos aglomerados son cu-  
rados por calentamiento de 120 a 170° C.

15 20.- Un procedimiento tal como el especificado en una  
cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 14, caracterizado  
por el hecho que las composiciones obtenidas son extruídas o ma-  
nipuladas para formar un granulado sólido.

21.- Un procedimiento para obtener un material sólido  
sorbiente selectivo.

Consta la presente memoria descriptiva de veintitres  
hojas rolladas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 15 de Diciembre de 1967.

E. LAVIN REYNALDO  
p. p.