



27

PATENTE DE INVENCION

375956

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C-07</u>
SUBCLASE <u>C</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"METODO DE RECUPERACION DE CL AL A PARTIR DE LODO DE  
CATALIZADOR DE ALQUILACION DE CL AL CONSUMIDO".

---

Solicitante: La compañía norteamericana; CONTINENTAL  
OIL COMPANY, con domicilio en 1000 South  
Pine Street. PONCA CITY, OKLAHOMA (U.S.A).

---

Inventor: Mr. CHARLES M. WEISS.

---



375956

- La presente invención proporciona un método para la recuperación de cloruro aluminico a partir de lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido, en el que el lodo es puesto primeramente en contacto con un gas inerte a temperaturas elevadas y presiones reducidas, durante un periodo de tiempo eficaz para separar una porción de gas ClH disuelto presente en el lodo. El lodo despojado del ClH es hidrolizado luego y la capa acuosa que contiene el cloruro aluminico se separa mediante asentamiento por gravedad de la fase orgánica y se somete a una serie de operaciones de purificación. Estas operaciones incluyen la filtración con arena o carbón vegetal, la infiltración para la absorción de los materiales orgánicos disueltos y el tratamiento con resina de cambio iónico para la eliminación de hierro y de cloruro de hidrógeno residual.
- 5.
- 10.
- 15.

- Esta invención se relaciona con un procedimiento para la recuperación de haluros metálicos de masas catalíticas consumidas, obtenidas en el tratamiento de hidrocarburos con haluros metálicos. En un aspecto, la invención se relaciona con la recuperación de cloruro aluminico a partir de lodo de catalizador de alquilación consumido. En un aspecto más específico, la invención se relaciona con un método para la recuperación de una solución acuosa de cloruro aluminico esencialmente libre de contaminadores, a partir de lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido.
- 20.
- 25.

- Los catalizadores Friedel-Crafts, tales como cloruro aluminico, se usan profusamente en sistemas hidrocarburos, tales como en la reacción de una olefina
- 30.

375956

21



5. con materiales aromáticos para formar materiales aromáticos alquílicos, o la reacción de cloruro alquílico con materiales aromáticos para formar materiales aromáticos alquílicos. Una importante reacción que se ha efectuado comercialmente en los últimos años, ha consistido en la fabricación de alquilatos detergentes biodegradables en los que se emplea cloruro aluminico para catalizar la reacción de benceno con cloruros alquílicos. Sin embargo, en tal reacción se forma un complejo de cloruro aluminico y compuestos orgánicos como subproducto, al que comúnmente se hace referencia por "lodo". El lodo es un complejo del catalizador y el hidrocarburo y resulta del refinado, polimerización, condensación o cracking de hidrocarburos con catalizador de cloruro aluminico. En el pasado, ha sido costumbre hidrolizar el lodo con un exceso de agua, formándose así una solución acuosa diluida de cloruro aluminico, que era desechada luego. Así, se buscan continuamente procedimientos que puedan producir una solución acuosa de cloruro aluminico, y que pueda expendirse como solución de grado técnico. Además de producir un beneficio mediante la recuperación del cloruro aluminico del catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido, la recuperación de la solución acuosa de cloruro aluminico tiene por resultado la eliminación de un importante elemento contaminador de las corrientes acuosas residuales de las plantas de producción.
- 10.
- 15
- 20.
- 25.

30. Un objeto de la presente invención es producir una solución acuosa de cloruro aluminico a partir de lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido.

375956



Otro objeto de la invención es producir una solución acuosa de cloruro aluminico, esencialmente libre de contaminadores.

5. Estos y otros objetos, características y ventajas de la presente invención resultarán evidentes para los expertos en la materia, mediante la lectura de la siguiente descripción detallada y de las adjuntas reivindicaciones.

10. De acuerdo con la presente invención, se proporciona un método para la recuperación de una solución acuosa de cloruro aluminico esencialmente libre de contaminadores, a partir de lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido, en el que el lodo es puesto en contacto con un gas vehículo inerte a temperaturas elevadas y presiones reducidas, durante un periodo de tiempo eficaz para separar una porción de gas ClH disuelto, presente en el lodo. El lodo despojado del ClH se hidroliza luego con agua y el lodo hidrolizado pasa a una zona de asentamiento para permitir que forme una fase acuosa y otra orgánica. La fase acuosa, que contiene el cloruro aluminico deseable, se separa luego de la fase orgánica y se filtra la fase acuosa. La fase acuosa filtrada es pasada luego a través de una zona de infiltración que contiene carbono activado. La corriente producto se pone entonces en contacto con una solución diluida de peróxido de hidrógeno para oxidar los iones ferrosos presentes en la corriente producto en iones férricos, de manera que tras el paso de la corriente producto a través de una segunda zona de infiltración que contiene una resina de cambio aniónico, los iones férricos son separados de la -

15.

20.

25.

30.

375956



5. corriente producto. Ésta, parcialmente purificada, pasa luego a través de una tercera zona de infiltración que contiene una resina de cambio iónico, para separar sustancialmente todo el ClH disuelto restante, presente en dicha corriente producto.

10. Además, de acuerdo con la invención, he descubierto que reciclando una porción de la fase acuosa de la zona de asentamiento a la zona de hidrólisis, para establecer una relación de 5 a 25 partes aproximadamente de fase acuosa por parte de lodo de alquilación suministrada a la zona de hidrólisis, se produce una separación más eficiente de fases en la zona de asentamiento inmediatamente después de la hidrólisis del lodo de alquilación de cloruro aluminico.

15. Las composiciones detergentes preparadas a partir de sales metálicas alcalinas biodegradables de sulfonatos alquil-arilos lineales, tales como la sal sódica de sulfonatos alquil-bencénicos lineales, han sido ampliamente usadas en los años recientes. Estos sulfonatos se fabrican produciendo primero un alquilato detergente que, tras su sulfonación y neutralización, produce las sales metálicas alcalinas biodegradables de los sulfonatos alqui-arilos lineales. El alquilato detergente producido por la alquilación catalizada con cloruro aluminico de un compuesto ariló con un producto de cloración preparado mediante parcial cloración de una fracción hidrocarburo derivada del petróleo y consistente esencialmente en parafinas de cadenas rectas C<sub>10</sub> a C<sub>18</sub>, tal como se describe en la patente estadounidense nº 3.316.294 de 1967, producido un subproducto cono---

20.

25.

30.

375956

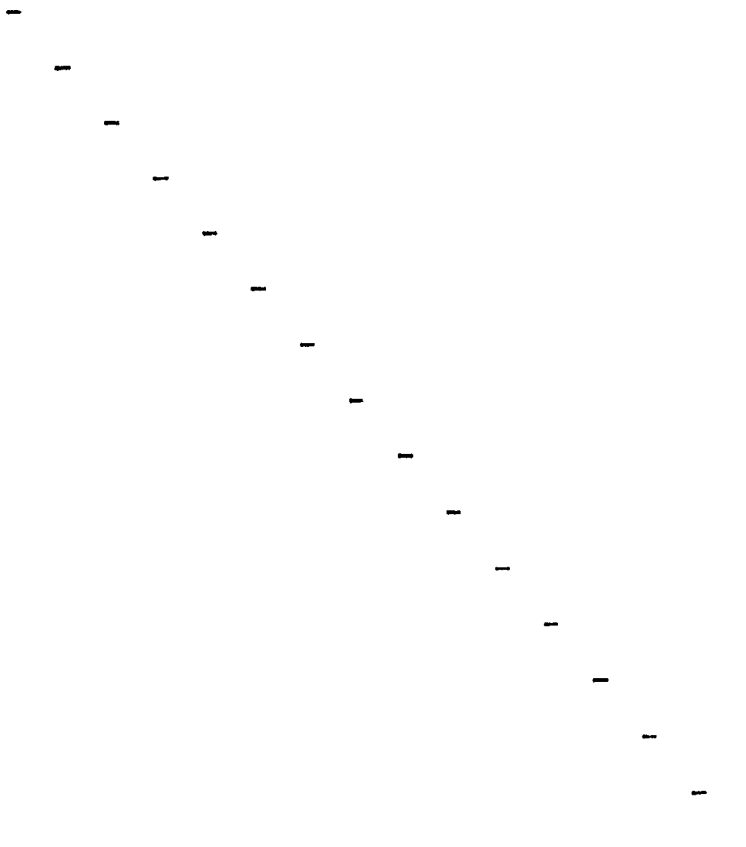


5. cido como lodo, que es un complejo de compuestos orgánicos y del catalizador de cloruro aluminico consumido. Además, tal lodo y el tratamiento del mismo se describen en la solicitud de Patente de esta misma fecha, a nombre de la firma solicitante, sobre: "Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de  $Cl\ Al$  de lodo de catalizador de alquilación de  $Cl\ Al$  consumido", en la que se reivindica prioridad de la solicitud de Patente en U.S.A. nº 805.684, de 10 de Marzo de 1969. La práctica anterior
10. ha consistido en hidrolizar el lodo con un exceso de agua y descargar un licor diluido de cloruro aluminico en el sumidero. Sin embargo, tal pérdida representa no solo una pérdida de beneficio, sino que además crea un importante problema de contaminación, resultante de las corrientes acuosas residuales de la planta de producción. Así, es el tratamiento del lodo de alquilación y a la recuperación de una solución acuosa de cloruro aluminico sustancialmente libre de contaminadores, a lo que se dirige la presente invención.
15. 20. El lodo se recupera de la zona de alquilación empleada en la preparación del alquilato detergente y se pasa a una zona de separación al vacío, donde el lodo se mezcla con un gas vehículo inerte a una temperatura comprendida entre 37,7 y 71,1°C aproximadamente, y a una presión reducida, de 125 a 250 mm Hg, aproximadamente, en una proporción y durante un periodo de tiempo eficaces para separar una porción del gas  $ClH$  disuelto, presente en lodo. Se han obtenido resultados deseables mezclando continuamente el gas vehículo y el lodo en un recipiente reactor agitado, mantenido a una
25. 30. presión de 125 a 250 mm Hg y a una temperatura de 60°C, -



375956 27 EN. 1970

- durante un periodo de 0,4 a 0,6 hora. Además, el ritmo de flujo del gas vehículo inerte es preferiblemente de unos 36 litros por hora, por litro de lodo. La separación al vacío tiene por resultado la extracción de un
5. 20% aproximadamente de ClH presente en la alimentación, lo cual es ventajoso para la purificación del producto aguas abajo. El gas vehículo empleado puede ser cualquier gas que sea inerte al lodo que se ponga en contacto con el mismo. Por ejemplo, pueden emplearse CO<sub>2</sub>, aire y mezclas de ambos como gas vehículo para la separación del ClH disuelto del lodo en la primera operación de purificación. La siguiente tabla ilustra el efecto de la separación del contenido en gas ClH del lodo mediante contacto de éste con un vehículo inerte a la reducida presión y elevadas temperaturas anteriormente indicadas.
- 10.
- 15.



27ENE 1983



10

TABLA I

<u>Prueba.</u>	<u>Volumen de lodo(l)</u>	<u>Vehículo, (l)/hora, 30% CO<sub>2</sub>, 70% aire</u>	<u>Presión, mm Hg</u>	<u>tiempo, horas</u>	<u>tiempo, °C</u>	<u>Contenido en ClH del lodo, %</u>
						<u>Antes</u> <u>Después</u>
1	1	14	500	2,3	60	3,12      2,70
2	1	8	250	1,0	60	2,70      2,55
3	1	42	500	0,5	60	3,15      2,90
4	1	36	250	0,6	60	3,15      2,48
5	1	36	125	0,4	60	3,15      2,46

375956

- - - - -



375956

- Una vez que el lodo de cloruro aluminico se ha puesto en contacto con el gas vehículo inerte a la reducida presión y elevada temperatura anteriormente -
5. descritas, la composición del lodo de cloruro aluminico despojado del ClH se pasa a una zona de hidrólisis, donde se pone en contacto el lodo con una cantidad de -
10. agua eficaz para hidrolizar aquél. El agua y el lodo se llevan a la zona de hidrólisis en volúmenes aproximadamente iguales. La zona de hidrólisis está equipada de -
15. tal manera que proporcione un minucioso mezclado del agua y el lodo. La concentración en cloruro aluminico del complejo impondrá la exacta cantidad de agua necesaria para producir una concentración en el producto final de 32° -
20. Baumé o del 28%. La masa en reacción se mantiene a una temperatura del orden de 60 a 71,1°C aproximadamente, durante un periodo de tiempo suficiente para permitir la hidrolización de prácticamente la totalidad del lodo. Normalmente, se necesita un tiempo de permanencia de --
25. 1,5 minutos aproximadamente, o más, para hidrolizar eficazmente el lodo de cloruro aluminico a la temperatura del orden de 60 a 71,1°C.

- El lodo hidrolizado se pasa luego a una zona de asentamiento, permitiéndose así que aquél forme una fase acuosa y una fase orgánica. Puede emplearse un -
25. asentador por gravedad para esta separación en las fases orgánica y acuosa, que contiene al producto cloruro aluminico. El lodo hidrolizado se mantiene en la zona de asentamiento a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1°C aproximadamente, durante un periodo de tiempo
30. eficaz para formar las fases acuosa y orgánica. Prefe



375956

riblemente, el lodo hidrolizado se mantiene a una temperatura de 60 a 71,1°C durante un tiempo de permanencia de 20 a 40 minutos aproximadamente en la zona de asentamiento, para efectuar una separación aceptable de las fases orgánica y acuosa.

5.

En la tabla II se ofrecen datos que ilustran el efecto del tiempo y la temperatura sobre la separación de fases. Estos datos incluyen los resultados del reciclo de una porción de la fase acuosa separada a la zona de hidrólisis para proporcionar una separación efectiva del agua y la fase orgánica. Las características del reciclo se expondrán con detalle más adelante.

10.

15.

20.

TABLA II

	<u>10 Min.</u>	<u>20 Min.</u>	<u>30 Min.</u>	<u>40 Min.</u>
37,7°C				
Fase orgánica (ml)	130	150	172	172
Fase acuosa (ml)	120	100	78	78
38,8°C				
Fase orgánica (ml)	170	176	176	176
Fase acuosa (ml)	80	74	74	74
60°C				
Fase orgánica (ml)	170	176	176	176
Fase acuosa (ml)	80	74	74	74
71,1°C				
Fase orgánica (ml)	176	176	176	176
Fase acuosa (ml)	74	74	74	74

375956

27 ENE. 1956



27 ENE. 1966



375956

Se efectuaron análisis sobre la fase orgánica y la acuosa en cada una de las cuatro temperaturas anteriormente indicadas, para determinar la eficacia de la separación de fases.

5. La fase acuosa de la prueba a 37,7°C contenía 133 ppm de compuestos orgánicos y la fase orgánica de la misma prueba contenía 14.605 ppm de agua y 1.335 ppm de aluminio. En la prueba realizada a 38,8°C, la fase acuosa contenía 145 ppm de compuestos orgánicos y la fase orgánica 2.741 ppm de agua y 213 ppm de aluminio. En la prueba realizada a 60°C, la fase acuosa contenía 201 ppm de compuestos orgánicos y la fase orgánica 2.054 ppm de agua y 86 ppm de aluminio. La fase acuosa de la prueba efectuada a 71,1°C contenía 251 ppm de compuestos orgánicos, mientras que la fase orgánica contenía 1.358 ppm de agua y 59 ppm de aluminio. Así, al comparar la cantidad de aluminio retenida en la fase orgánica de las cuatro pruebas anteriores, puede verse fácilmente que se retiene menos aluminio en la fase orgánica cuando la separación de fases se efectúa a una temperatura del orden de 60 a 71,1°C.
- 10.
- 15.
- 20.

- La fase acuosa que contiene al cloruro aluminico se separa luego de la fase orgánica. Esta puede fraccionarse luego para recuperar benceno y otros materiales de la misma. Luego se divide la fase acuosa en una corriente de recicló y una corriente producto. La corriente de recicló se pasa luego a través de una zona fundidora que contiene arena y que reduce la tendencia al ensuciamiento de la corriente citada, es decir, que evita el ensuciamiento de los tubos del cambiador de calor de la
- 25.
- 30.



27ENE



375956

TABLA III

Relación reciclo: lodo	Ritmos de asentamiento (7L, 19C)			Análisis		
	Tiempo transcurrido, minutos	Fase orgánica, ml	Fase acuosa, ml	H <sub>2</sub> O ppm	Fase orgánica Al ppm	Fase acuosa Materias orgánicas, ppm
0/1	10	90	100			
	20	86	114			
	30	86	114			
	40	86	114	1200	54	2030
5/1	10	30	170			
	20	26	174			
	30	26	174			
	40	26	174	583	50	61
10/1	10	20	180			
	20	16	184			
	30	16	184			
	40	16	184	601	45	100
20/1	10	10	190			
	20	8	192			
	30	8	192			
	40	8	192	767	35	24
25/1	10	10	190			
	20	8	192			
	30	8	192			
	40	8	192	900	72	56

--- --



27 ENE. 1940



TABLA IV

Material del lecho	Carbono CAL de Pittsburgh
Dimensiones del lecho, diám. x profund., cm.	1,9 x 63,4
Volumen del lecho, cm <sup>3</sup>	150
Peso del lecho, en seco, g	68
Ritmo de alimentación, ml/min.	13
Temperatura, °C	37,7-38,8
Dirección de flujo	Descendente
<u>Condiciones</u>	
Arena de hormigón	
6,34 x 7,61 cm	
300	
450	
13	
37,7-38,8	
Descendente	

375956

<u>Análisis de la corriente efluente</u>	
<u>Materias orgánicas,</u>	<u>Materias orgánicas,</u>
ppm (arena)	ppm (carbono)
350	409
52	21
70	26
67	33
81	-
79	41
0,128	0,019

<u>Cantidad tratada, ml</u> <u>(acumulativa)</u>	
Alimentación sin filtrar, promedio	
2000	
4000	
6000	
8000	
10000	
Dosificación del material del lecho, gramo/gramos de Cl Al <sub>3</sub>	

-----





375956

.../...

TABLA V

A.  
 Tipo y peso de carbono  
 Dimensiones del lecho, diám. x profund., cm  
 Temperatura, °C  
 Ritmo y dirección de flujo

CAL de Pittsburgh, 192 g  
 2,54 x 91,4  
 Ambiente  
 10 ml/min. - ascendente

Análisis de la corriente efluente

Cantidad tratada, litros, <u>acumulativa</u>	Promedio de flujo entrante	Materias orgánicas,		Olor
		ppm		
30		188,0		Pronunciado
40		0,1		Muy ligero
50		0,6		Muy ligero
60		0,8		Muy ligero
70		0,8		Ligero
80		0,8		Ligero
Dosificación de carbono, gramo/gramos de Cl Al <sub>3</sub>		0,007		Ligero

.....  
TABLA V

B<sub>4</sub>

Tipo y peso de carbono  
 Dimensiones del lecho, diám. x profund., cm  
 Temperatura, °C  
 Ritmo y dirección de flujo

CPG de Pittsburgh, 137 g  
 1,9 x 121,9  
 38,8-60°C  
 10 ml/min. - ascendente

Análisis de la corriente efluente

Cantidad tratada, litros acumulativa	Hierro, ppm	Análisis de la corriente efluente	
		Materias orgánicas, ppm	Olor
Promedio de flujo entrante	145	226,0	-
2	0	0,3	Muy ligero
4	6,4	0,4	Muy ligero
6	72,5	0,6	Muy ligero
8	102,3	0,5	Muy ligero
10	105,2	0,5	Muy ligero
Dosificación de carbono gramo/gramos de Cl <sub>2</sub> Al <sub>3</sub>		0,040	

375956

27 ENE. 1978



375956



5. Aunque sólo se separa una porción de hierro de la fase acuosa mediante paso de ésta a través del carbono activado, como se muestra en B anteriormente, puede verse que el olor mejora y los contaminadores orgánicos son drásticamente reducidos.

10. Es evidente para los expertos en la materia que, una vez que el material del lecho ha quedado consumido en cuanto a funcionar como medio de absorción, el carbono - puede destinarse naturalmente a la operación de filtración, anteriormente explicada. La fase acuosa purificada contiene ahora, como impurezas principales, hierro y gas ClH disuelto. Para separar el hierro de la fase acuosa, es necesario primeramente mezclar la citada fase con una solución diluida de peróxido de hidrógeno para oxidar sustancialmente todos los iones ferrosos presentes en la fase acuosa a 15. iones férricos. La cantidad de peróxidos de hidrógeno empleada dependerá de la concentración de los iones ferrosos presentes en la fase acuosa. Preferiblemente, el peróxido de hidrógeno es una solución acuosa que contiene del 5 al 20. 10% en peso aproximadamente de peróxido de hidrógeno y esta solución se añade a la fase acuosa en una cantidad suficiente para que se encuentre presente por lo menos en una proporción doble a la cantidad estequiométrica de los iones ferrosos presentes en la mencionada fase. Además, 25. es deseable que la fase acuosa y el peróxido de hidrógeno diluido se mantengan en contacto entre sí a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1°C y preferiblemente de 37,7°C aproximadamente, durante un periodo de contacto de unos 10 minutos.

30. Una vez que los iones ferrosos han sido oxida-



375956

- dos a iones férricos, se pasa la fase acuosa a través de una segunda zona de infiltración que contiene una resina de cambio iónico, "DOWEX 21K", para la separación de los iones férricos de la fase acuosa. Esta se infiltra descendientemente a través de la segunda zona de infiltración a un ritmo de flujo de 20,37 a 4,074 lpm por metro cuadrado de sección transversal de área del lecho y la fase acuosa se mantiene a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1°C aproximadamente, durante el paso de la misma a través de -
5. la segunda zona de infiltración. En la siguiente tabla se ofrecen datos que ilustran el efecto de la separación del hierro de la fase acuosa que contiene al cloruro aluminico. De igual modo, los datos ilustran que la separación efectiva del hierro se realiza mediante una serie de cinco ciclos, cada uno de los cuales incluye la carga y regeneración del lecho. Esta regeneración puede efectuarse por cualesquiera medios adecuados.
- 10.
- 15.
- 20.

37595627ENE 1978



TABLA VI

Prueba nº	1	2	3	4	5
Ciclo	1	2	3	4	5
Hierro en la alimentación	127	127	127	127	175
ppm totales					
Ion ferroso en la alimentación,	4,5	4,5	4,5	4,5	5,3
ppm (después de la oxidación)					
Cantidad tratada, volumen del lecho	ppm Fe	ppm Fe	ppm Fe	ppm Fe	ppm Fe
5	0,9	0,6	1,1	0,5	1,9
10	1,6	3,2	3,8	0,5	1,9
15				0,5	2,2
20	6,8	3,0	15,5	2,5	4,0
25				4,5	7,6
30	22,5	8,4	35,5	9,5	11,0
35				15,2	16,0
40					

- - - -

375956



- La fase acuosa, después de la separación de los iones férricos, se pasa a través de una tercera zona de infiltración que contiene una resina de cambio iónico para separar sustancialmente todo el ClH disuelto y recuperar una solución acuosa de cloruro aluminico - esencialmente libre de contaminadores. La temperatura de la fase acuosa que pasa a través de la tercera zona de infiltración se mantiene a un nivel del orden de 37,7 a 71,1°C aproximadamente y la fase acuosa se pasa descendentemente a través de la tercera zona de infiltración a un ritmo de flujo de 20,37 a 4,074 lpm por metro cuadrado de sección transversal del área de lecho de la citada zona. Puede emplearse cualquier resina adecuada de cambio iónico, tal como la "DOWEX 44", que sea eficaz para separar el cloruro de hidrógeno disuelto de la fase acuosa. Para ilustrar la separación del resto del cloruro de hidrógeno disuelto de la fase acuosa, se ofrece la siguiente tabla.

TABLA VII

<u>ClH en la alimentación, %</u> <u>Cantidad tratada, volúmenes del lecho</u>	<u>1,6</u> <u>% ClH (efluente)</u>
2	0,3
4	0,3
6	0,3

- El producto así obtenido de la serie de operaciones de purificación anteriormente indicadas proporciona una solución acuosa de cloruro aluminico suficientemente pura para expenderse como licor de cloruro aluminico - de grado técnico.



375956

27

La exposición y descripción anteriores se han ofrecido en relación con versiones específicas preferidas de la preparación de una solución acuosa de cloruro aluminico a partir de lodo de catalizador de alquilación.

5. Sin embargo, se entenderá que tales exposición y descripción sólo pretenden ilustrar y enseñar a los expertos en la materia la forma de poner en práctica la invención, - sin limitar indebidamente el ámbito de ésta, que se expondrá en las siguientes reivindicaciones.

10.

NOTA

La Patente de Invención, que se solicita por veinte años para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "METODO DE RECUPERACION DE Cl Al A PARTIR DE LODO DE CATALIZADOR DE ALQUILACION DE Cl Al CONSUMIDO", con Prioridad de la Solicitud de Patente en U.S.A. nº 805.876, de fecha 10 de Marzo de 1969, a favor del inventor que ha cedido sus derechos a favor de la firma solicitante, según las características esenciales de las siguientes:

15.

REIVINDICACIONES

1ª.- Método de recuperación de Cl Al a partir de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, que comprende:

(a) el calentamiento de dicho lodo en presencia de gas vehículo inerte a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1°C aproximadamente y a una presión de 125 a 250 mm Hg aproximadamente, en una medida y durante un periodo de tiempo eficaces para separar una porción de gas ClH disuelto presente en el referido lodo;

25.

(b) el paso del lodo despojado de ClH a una -

30.



zona de hidrólisis en la que aquél es puesto en contacto con una cantidad de agua eficaz para hidrolizarlo;

5. (c) el paso del lodo hidrolizado a una zona de asentamiento, permitiendo así que el lodo hidrolizado -- forme una fase acuosa y una fase orgánica;
- (d) la separación de la fase acuosa de la fase orgánica;
- (e) el filtrado de la fase acuosa para producir un filtrado;
10. (f) el paso de este filtrado a través de una zona de infiltración que contiene carbono activado;
- (g) el mezclado del producto de la operación (f) y de una solución diluida de peróxido de hidrógeno para oxidar sustancialmente todos los iones ferrosos -- presentes en dicho producto a iones férricos;
15. (h) el paso del resultante producto de la operación (g) a través de una segunda zona de infiltración que contiene una resina de cambio aniónico; e
- (i) el paso del resultante producto de la operación (h) a través de una tercera zona de infiltración que contiene una resina de cambio iónico para separar -- sustancialmente todo el ClH disuelto y recuperar una solución acuosa de cloruro aluminico esencialmente libre de contaminadores.
- 20.
25. 2ª.- Método de recuperación de Cl Al a partir de lodo de catalizador de alquilación de  $Cl_3 Al$  consumido, según la reivindicación 1ª, que incluye las operaciones de :
- (a) pasar una porción de la fase acuosa separada a través de una zona fundidora;
- 30.



375956 27 E

(b) pasar el efluente de dicha zona fundidora a través de una zona refrigerante; y

5. (c) devolver el efluente enfriado a la citada zona de hidrólisis a un ritmo eficaz para mantener aproximadamente de 5 a 25 partes de efluente enfriado por parte de lodo en dicha zona de hidrólisis y a una temperatura eficaz para mantener la de la referida zona de hidrólisis dentro del orden de 60 a 71°C aproximadamente.

10. 3ª.- Método de recuperación de Cl Al a partir de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 2ª, en el que dicha agua se encuentra presente en una relación en peso de 1:1 aproximadamente con el mencionado lodo y la resultante mezcla se mantiene a una temperatura del orden de 60 a 71,1°C aproximadamente.

15. 4ª.- Método de recuperación de Cl Al a partir de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 3ª, en el que dicho lodo hidrolizado se mantiene a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1°C aproximadamente en la citada zona de asentamiento durante un periodo de tiempo eficaz para formar las referidas fases acuosa y orgánica.

20. 5ª.- Método de recuperación de Cl Al a partir de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 4ª, en el que dicha fase acuosa se mantiene a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1°C aproximadamente y se filtra descendentemente a un ritmo de flujo de 4,074 a 20,37 litros por minuto por metro cuadrado de sección transversal del filtro, aproximadamente.

25.

30.

375956

27



5. 6ª.- Método de recuperación de  $\text{Cl Al}_3$  a partir de lodo de catalizador de alquilación de  $\text{Cl Al}_3$  consumido, según la reivindicación 5ª, en el que dicho filtrado se mantiene a una temperatura del orden de 23,8 a 71,1°C -- aproximadamente y se pasa ascendentemente a través de la citada zona de infiltración a un ritmo de flujo de 4,074 a 20,37 lpm por metro cuadrado de sección transversal de lecho de la citada zona, aproximadamente.

10. 7ª.- Método de recuperación de  $\text{Cl Al}_3$  a partir de lodo de catalizador de alquilación de  $\text{Cl Al}_3$  consumido, según la reivindicación 6ª, en el que el citado peróxido de hidrógeno es una solución acuosa que contiene del 5 al 10% en peso aproximadamente de peróxido de hidrógeno, cuyo peróxido se añade en una cantidad suficiente -- para que se halle presente por lo menos en una proporción doble a la cantidad estequiométrica de los citados iones ferrosos y la oxidación de estos iones ferrosos -- se realiza a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1 -- aproximadamente.

20. 8ª.- Método de recuperación de  $\text{Cl Al}_3$  a partir de lodo de catalizador de alquilación de  $\text{Cl Al}_3$  consumido, según la reivindicación 7ª, en el que el citado producto de la operación (g) se mantiene a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1°C aproximadamente y tal producto se pasa descendentemente a través de la segunda zona de infiltración a un ritmo de flujo de 20,37 a 4,074 lpm por metro cuadrado de sección transversal de lecho de la citada zona, aproximadamente.

30. 9ª.- Método de recuperación de  $\text{Cl Al}_3$  a partir de lodo de catalizador de alquilación de  $\text{Cl Al}_3$  consu---

375956



5. mido, según la reivindicación 8ª, en el que el resultante producto de la operación (h) se mantiene a una temperatura del orden de 37,7 a 71,1°C aproximadamente y tal producto resultante se pasa descendentementeá través de la tercera zona de infiltración a un ritmo de flujo de 20,37 a 4,074 lpm por metro cuadrado de sección transversal de área de lecho de la citada zona aproximadamente.

10ª.- "METODO DE RECUPERACION DE <sup>3</sup>Cl Al A PARTIR DE LODO DE CATALIZADOR DE ALQUILACION DE <sup>3</sup>Cl Al CONSUMIDO".

10. Según queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, que consta de veintiocho hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 26 de Enero de 1970.

CONTINENTAL OIL COMPANY.

P.P. FRANCISCO GARCIA CABREZZO  
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera