



ESPAÑA

19 ES	21	NUMERO	10 A1
	21	429.187	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		12-8-74	

PATENTE DE INVENCION

P.- 58.185
Case 3195.29

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
398.606	19-9-73	EE.UU.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	63 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07B, C07C	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE UN COMPUESTO DE UNA CORRIENTE DE GAS"		
71 SOLICITANTE (ES)		
TENNECO CHEMICALS, INC.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Park 80 Plaza West-One, Saddle Brook, Nueva Jersey 07662, Estados Unidos de America		
72 INVENTOR (ES)		
Roy Glen Turnbo y Donald Arthur Keyworth		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ		

MCG.

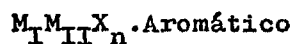
La presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de corrientes de gas. Más en particular, se refiere a un procedimiento para la separación de agua y ciertas otras impurezas, de corrientes de gas que comprenden hidrocarburos alifáticos y/o cicloalifáticos.

Las corrientes de gas, tales como las resultantes del tratamiento de petróleo o gas natural, contienen a menudo agua y otras impurezas que interfieren con su utilización. Por ejemplo, el gas de petróleo licuado contiene usualmente agua y compuestos que contienen azufre, que han de ser eliminados antes de su uso como combustible o como materia prima química.

Se han propuesto muchos procedimientos para la eliminación de agua y otras impurezas de las corrientes de gas, pero ninguno ha resultado ser enteramente satisfactorio. Se han usado cloruro de aluminio, pentóxido de fósforo, y sodio finamente dividido, para secar gases hasta niveles de agua muy bajos, pero estos materiales, aún cuando estén soportados sobre perlas inertes de sílice-alúmina, quedan rápidamente gastados por formación de un gel superficial que impide la eficaz difusión de moléculas de agua a través de esta barrera hasta porciones sin usar del material de secado.

Según la presente invención, se ha hallado que

el agua y otros compuestos que son bases de Lewis más fuertes que los haluros de los metales del grupo I-B se pueden eliminar rápida y eficazmente de las corrientes de gas poniendo las corrientes de gas en contacto con un sorbente líquido que comprende un complejo de sal bimetalica que tiene la fórmula genérica:



donde M_I es un metal del grupo I-B, M_{II} es un metal del grupo III-A, X es halógeno, n es la suma de las valencias de M_I y M_{II} , y Aromático es un hidrocarburo aromático monocíclico que tiene 6 a 12 átomos de carbono.

En comparación con los procedimientos anteriormente conocidos para la eliminación de estas impurezas de corrientes de gas, el procedimiento de la presente invención tiene la ventaja de que las reacciones que implican a las bases de Lewis tienen lugar muy rápidamente, permitiendo así bajos tiempos de residencia y permitiendo tratar grandes volúmenes de gas a altas velocidades. Además, el uso de los sorbentes líquidos de esta invención evita los problemas de manipulación, transmisión de calor y regeneración que están asociados con los sorbentes sólidos

que se usan normalmente.

5 En el procedimiento de esta invención, una corriente de gas que contiene al menos una base de Lewis que sea más fuerte que los haluros de los metales del grupo I-B se pone en contacto con un sorbente líquido que es una solución de un complejo de sal bimetálica de fórmula $M_{I}M_{II}X_n \cdot \text{Aromático}$ en un hidrocarburo aromático o un hidrocarburo aromático halogenado. La base de Lewis reacciona con el complejo de sal bimetálica, formando cloruro de hidrógeno y un precipitado. El precipitado, comprende un haluro de metal del grupo I-B y un complejo de base de Lewis-sal bimetálica, puede ser eliminado del sorbente por técnicas usuales discontinuas o continuas. El sorbente se recircula. El complejo de base de Lewis-sal bimetálica, que es soluble en sorbente líquido caliente e insoluble en sorbente líquido frío, puede ser separado del haluro metálico y calentado luego con tolueno u otro hidrocarburo aromático, a una temperatura entre aproximadamente 60°C y 110°C, para descomponerle en el complejo de sal bimetálica, hidrocarburo aromático, y un residuo insoluble. La solución del complejo de sal bimetálica en el hidrocarburo aromático se puede recircular y usar para eliminar cantidades adicionales de la base de Lewis de la corriente de gas.

25 Los sorbentes líquidos que se usan en el procedimiento de esta invención son soluciones de un comple-

jo de sal bimetálica en un hidrocarburo aromático o un hidrocarburo aromático halogenado. Los complejos de sal bimetálica tienen la fórmula genérica $M_I M_{II} X_n$. Aromático. M_I es un metal del grupo I-B, es decir, cobre, plata u oro. El cobre (I) es el metal preferido. M_{II} es un metal del grupo III-A, es decir, boro, aluminio, galio, indio o talio. El boro y el aluminio son los metales preferidos, siendo particularmente preferido el aluminio. X es un halógeno, es decir, flúor, cloro, bromo o yodo; preferiblemente es cloro o bromo. La suma de las valencias de M_I y M_{II} está representada por n. Aromático es un hidrocarburo monocíclico que tiene 6 a 12 átomos de carbono, y preferiblemente 6 a 9 átomos de carbono, tal como benceno, tolueno, etilbenceno, xileno, mesitileno, clorobenceno, clorotolueno o cloroxileno. Preferiblemente es tolueno. Los siguientes son ilustrativos de estos complejos de sal bimetálica: $CuBF_4$.benceno, $CuBCl_4$.benceno, $AgBF_4$.mesitileno, $AgBCl_4$.xileno, $AgAlCl_4$.xileno, $AgAlBr_4$.benceno, $CuGaCl_4$.tolueno, $CuInI_4$.clorobenceno, $CuThI_4$.p-clorotolueno, y similares. Los complejos de sal bimetálica preferida son $CuAlCl_4$.tolueno y $CuAlBr_4$.tolueno. El hidrocarburo aromático en que se disuelve el complejo de sal bimetálica es usual y preferiblemente el mismo que se usa en la preparación del complejo de sal bimetálica, pero si se desea puede ser uno diferente. La

cantidad total de hidrocarburo aromático en el sorbente líquido, es decir, la cantidad en el complejo de sal bimetálica más la cantidad usada como disolvente, es al menos 10 por ciento en moles de la cantidad de la sal bimetálica $M_I M_{II} X_n$ que está presente. Se prefiere que la cantidad de hidrocarburo aromático sea 100 a 250 por ciento en moles de la cantidad de sal bimetálica. Los sorbentes líquidos particularmente preferidos contienen 25 a 75 por ciento en peso de $CuAlCl_4$.tolueno en tolueno.

10 Las impurezas que se pueden eliminar de las corrientes de gas por el procedimiento de la invención son compuestos que son bases de Lewis más fuertes que el haluro de los metales del grupo I-B. Cuando el sorbente líquido es una solución que contiene el complejo preferido de sal bimetálica, $CuAlCl_4$.tolueno, los compuestos que se pueden eliminar de la corriente de gas son aquéllos que son bases de Lewis más fuertes que el cloruro cuproso. Son ilustrativos de estos compuestos el agua, los alcoholes tales como butanol y trifenilmetil-carbinol, éter dietílico, metil-etil-cetona, amoníaco, aminas tales como trietilendiamina y trifenilamina, y compuestos que contienen azufre tales como sulfuro de hidrógeno, metil-mercaptano, propil-mercaptano, sulfuro de etilo y disulfuro de etilo.

25 Cualquier corriente de gas que contenga una o

más de las bases de Lewis antes mencionadas puede ser purificada por el procedimiento de la invención. Este procedimiento tiene particular valor en la purificación de las corrientes de gas cuyos componentes principales son hidrocarburos alifáticos, nitrógeno, oxígeno, hidrógeno, dióxido de carbono y mezclas de ellos. Como se discutirá más adelante, también se puede usar en el tratamiento de corrientes de gas que contienen olefinas, acetilenos, aromáticos y monóxido de carbono, de las que se sabe que reaccionan con los complejos de sal bimetálica.

Son ilustrativos de las corrientes de gas que se pueden purificar por el procedimiento de la invención el gas de petróleo licuado que se recupera tratando gas natural, y cuyos componentes principales son etano, propano y butanos; el material de alimentación de reformador; y las corrientes de gas resultantes del craqueo de extremos ligeros, ceras, etc.

Aunque se puede usar para purificar corrientes de gas que contengan mayores cantidades de bases de Lewis, este procedimiento se aplica preferiblemente a corrientes de gas que contienen no más de 5 por ciento en moles de tales compuestos. En la mayoría de los casos, las corrientes de gas que se ponen en contacto con el sorbente líquido contienen 1 por ciento de moles, o menos, de una base de Lewis. Cuando se ha de purificar una corriente de gas

que contiene más de aproximadamente 3 por ciento en moles de agua y/u otra base de Lewis, es a menudo ventajoso tratarla primero con un agente de secado usual, tal como un tamiz molecular, o destilarla fraccionadamente, para reducir su contenido de base de Lewis hasta menos de 1 por ciento en moles, antes de ponerla en contacto con el sorbente líquido.

En una realización preferida de la invención se elimina agua de una corriente de gas que comprende un hidrocarburo alifático, un hidrocarburo cicloalifático, un gas inerte tal como dióxido de carbono o nitrógeno, o una mezcla de ellos, poniendo en contacto la corriente de gas con un sorbente líquido que es una solución en un hidrocarburo aromático del complejo de sal bimetálica $CuAlX_4$. Aromático, y que preferiblemente es una solución de $CuAlCl_4$. tolueno en tolueno. Tras este tratamiento, la corriente de gas contiene generalmente menos de aproximadamente 10 ppm de agua. Durante esta etapa, que se efectúa a una temperatura entre $-10^{\circ}C$ y el punto de ebullición del hidrocarburo aromático, a presiones entre 0,5 atmósferas y 30 atmósferas, y preferiblemente a temperatura ambiente y a de 1 a 10 atmósferas, el agua de la corriente gaseosa reacciona con el complejo de sal bimetálica, formando cloruro de hidrógeno y una mezcla de reacción que consiste en el sorbente líquido y un precipitado que

contiene cloruro cuproso y el complejo $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$. Esta mezcla de reacción se calienta hasta una temperatura a la que el complejo sea soluble en el sorbente líquido, y el cloruro cuproso se separa de la solución caliente. Cuando el hidrocarburo aromático es tolueno, la mezcla de reacción se calienta hasta una temperatura por encima de 35°C para disolver el $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$. Tras haberse separado de ella el cloruro cuproso, la mezcla de reacción se enfría hasta una temperatura entre 0°C y 25°C , y preferiblemente entre 5°C y 20°C , para hacer que precipite el $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$. Tras separar de ella el $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ precipitado, la mezcla de reacción, que es una solución $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{tolueno}$ y una pequeña cantidad de $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ en tolueno, puede ser recirculada para eliminar cantidades adicionales de agua de la corriente de gas. Debido a que más del 90 por ciento de él cristaliza del sorbente líquido en menos de 2 horas, a temperaturas por debajo de 25°C , el $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ puede ser eliminado de la mezcla de reacción por una técnica discontinua o continua.

El $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ que se ha recuperado de la reacción puede ser descompuesto por calentamiento del mismo con tolueno a una temperatura entre 60 y 110°C , y preferiblemente entre 65 y 75°C . Este tratamiento produce una fracción soluble en tolueno que es rica en

CuAlCl₄·tolueno, y una fracción insoluble en tolueno que es rica en AlOCl. Estas fracciones se pueden separar, y se puede recircular la fracción soluble en tolueno. Usualmente se desprecia la fracción insoluble en tolueno.

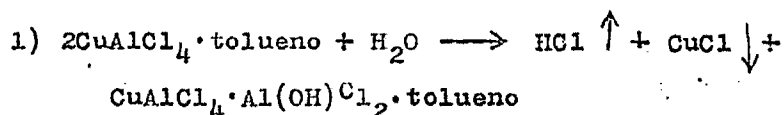
5

Alternativamente, se puede recuperar cobre del CuAlCl₄·AlOCl·tolueno sólido, por ejemplo disolviéndolo en solución acuosa de cloruro amónico y tratando la solución resultante, que contiene un complejo de cloruro amónico con cobre, con ácido clorhídrico y aluminio en

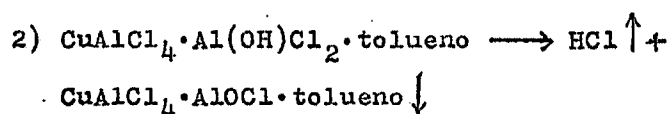
10

polvo. Las reacciones que pueden tener lugar cuando una corriente de gas que contiene agua se pone en contacto con el sorbente líquido, y luego se trata el sorbente por el método antes descrito, se muestran en la ecuaciones siguientes:

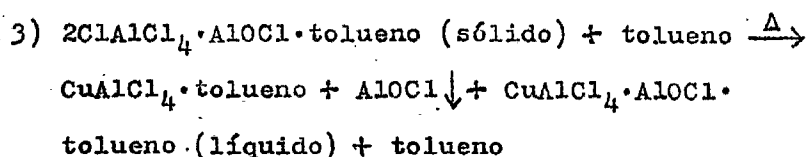
15



20



25



En otra realización preferida de la invención, se usa el procedimiento aquí expuesto en combinación con procedimientos conocidos para separar ligandos que pueden formar complejos tales como olefinas, acetilenos, aromáticos y monóxido de carbono, de corrientes de gas. En estos procedimientos se ponen las corrientes de gas en contacto con sorbentes líquidos que contienen complejos de sal bimetálica que tienen la fórmula genérica $M_I M_{II} X_n$. Aromático, y que reaccionan con los ligandos que pueden formar complejos. Por ejemplo, en la patente de los EE.UU. nº 3.651.159, Long y otros expusieron un procedimiento en el que se usó una solución sorbente de tetrahaluro de aluminio cuproso, en benceno o tolueno, para separar etileno, propileno, u otros ligandos que pueden formar complejos, de una corriente de alimentación. Los ligandos con los que se había formado complejo se recuperaban por intercambio de ligando con tolueno. La solución resultante de tetracloruro de aluminio cuproso.tolueno en tolueno se recirculaba y usaba para separar de la corriente de alimentación cantidades adicionales de los ligandos que pueden formar complejos. Walker y otros, en la patente de los EE.UU nº 3.647.843, expusieron un procedimiento en el que una corriente de gas de pirólisis de hidrocarburo fué puesta en contacto con una solución de tetracloruro de aluminio cuproso en tolueno, para separar aceti-

leno de la corriente de gas, en forma de solución del complejo $\text{HC} = \text{CH} \cdot \text{CuAlCl}_4$ en tolueno. El acetileno se arrastró con vapor desde este complejo, y el complejo resultante de tetracloruro de aluminio cuproso-tolueno se recirculó a la columna de absorción.

5

En la aplicación comercial de estos y similares procedimientos en los que un sorbente líquido que contiene un complejo de tetracloruro de aluminio cuproso-tolueno es recirculado y usado durante largos periodos de tiempo, hay un aumento gradual de la cantidad de complejo $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ en el sorbente que es resultado de la reacción, con el complejo de sal bimetalica, de las pequeñas cantidades de agua que se introducen en el sistema en la corriente de gas, o con el tolueno o cloruro de aluminio que se le añaden. Este complejo, que es insoluble en el sorbente frío, tiende a formar depósitos sólidos que obturan al equipo de tratamiento, e interfieren de otra manera con su eficaz funcionamiento. Además, el agua, al combinarse con el $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{tolueno}$ para formar un complejo estable, reduce la cantidad de $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{tolueno}$ de que se dispone en el sorbente para que reaccione con el ligando que puede formar complejos, de la corriente de gas.

10

15

20

El procedimiento de la invención se puede usar para reducir sustancialmente la cantidad de $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ y otros complejos formados por reacción de $\text{M}_I \text{M}_{II} \text{X}_n$.

25

Aromático con agua, u otras bases de Lewis más fuertes que los haluros de M_T , que están presentes en los sorbentes líquidos que se usan en procedimientos tales como los enseñados por Long y otros en la patente de los EE.UU. n° 3.651.159 y por Walker y otros en la patente de los EE.UU. n°. 3.647.843. En esos procedimientos, las olefinas, acetilenos, aromáticos o monóxido de carbono de la corriente de gas, junto con cualquier agua u otra base de Lewis más fuerte que el cloruro cuproso, que hayan entrado en el sistema, reaccionan con el tetracloruro de aluminio cuproso del sorbente líquido, formando complejos. A diferencia de los complejos formados por las olefinas, acetilenos, aromáticos y monóxido de carbono, que son completamente solubles en el sorbente líquido a temperaturas entre aproximadamente 0°C y sus temperaturas de descomposición, los complejos formados por el agua y demás bases de Lewis aquí expuestas son solubles en el sorbente líquido a temperaturas por encima de aproximadamente 35°C, e insolubles en él a temperaturas menores. Además, estos complejos son estables y no se descomponen ni siquiera por calentamiento prolongado a temperaturas por debajo de aproximadamente 60°C. Esta diferencia de características de solubilidad de los complejos se usa en el presente procedimiento para separar $CuAlCl_4 \cdot AlOCl$ de los complejos formados por reacción de olefinas,

acetilenos, aromáticos y/o monóxido de carbono con $\text{CuAlCl}_4 \cdot$
tolueno en tolueno.

5 En este procedimiento, un sorbente que contiene uno o más de los complejos formados por olefinas, acetilenos, aromáticos y monóxido de carbono, con $\text{CuAlCl}_4 \cdot$
tolueno, y el complejo $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot$ tolueno, es calentado solo o con hidrocarburo aromático a una temperatura
entre 40 y 180°C, y preferiblemente entre 75 y 115°C, a
10 una presión entre 0,1 atmósferas y 30 atmósferas, y preferiblemente de 1 atmósfera a 3 atmósferas, hasta que se descomponen los complejos formados con olefinas, acetilenos, aromáticos y monóxido de carbono, y estos ligandos se separan del sorbente líquido. El sorbente líquido desde el que se han arrastrado estos ligandos es una solución
15 de $\text{CuAlCl}_4 \cdot$ tolueno y $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot$ tolueno. Esta solución se enfría hasta una temperatura por debajo de 25°C, y preferiblemente de 5 a 20°C, para hacer que precipite el $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot$ tolueno. Tras eliminar el complejo precipitado, el sorbente líquido se recircula al absorbedor, donde
20 es puesto en contacto con la corriente de gas que contiene ligandos que pueden formar complejos. El $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot$ tolueno se puede tratar por el procedimiento antes expuesto, para recuperar $\text{CuAlCl}_4 \cdot$ tolueno de él.

25 La invención se ilustra más mediante los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

5 A. Se preparó un sorbente líquido que contenía 28,6 por ciento en moles de tetracloruro de aluminio cuproso y 71,4 por ciento en moles de tolueno, añadiendo 1,1 moles de cloruro cuproso a 1 mol de cloruro de aluminio anhidro en tolueno. La solución resultante se filtró para eliminar de la misma el cloruro cuproso sin reaccionar y las impurezas insolubles.

10 B. Un material de alimentación de reformador, que contenía 0,62 por ciento en moles de agua, fue introducido a temperatura ambiente y aproximadamente 5 atmósferas de presión en una columna de absorción. Al entrar en la columna, el gas se puso en contacto con una cantidad del sorbente líquido del Ejemplo 1A, que contenía al menos el tetracloruro de aluminio cuproso suficiente para reaccionar con todo el agua de la corriente de gas. El gas que salía del absorbedor tenía un contenido de agua de 8 ppm, según se determina por el punto de rocío.

15 20 C. Se repitió el método del Ejemplo 1B usando un material de alimentación de reformador que contenía aproximadamente 0,40 por ciento en moles de agua. El gas efluente contenía 4 ppm de agua, según se determina por su punto de rocío.

25

Ejemplo 2

5 A. Se pusieron en un matraz de fondo redondo cien mililitros de un sorbente líquido que se había pre-
parado por el método descrito en el Ejemplo 1A, y que te-
nia una densidad de 1,163 g/ml a 23°C, y se calentaron
a su temperatura de reflujo. Una corriente de nitrógeno
que contenía vapor de agua fué burbujeada por el sorben-
te líquido, hasta que se hubieron introducido en él 1,8
10 gramos de agua. Después se burbujeó nitrógeno seco a tra-
vés del sorbente a reflujo, durante 4 horas. El cloruro
de hidrógeno desprendido fué recogido en un recipiente
de lavado de gas que contenía una solución patrón de hi-
dróxido sódico. El análisis de esta solución indicó que
15 se habían desprendido 7,0 gramos de HCl (calculado, 7,3
gramos de HCl). Al final del tratamiento de 4 horas con
nitrógeno seco, el sorbente caliente fué separado por
decantación del cloruro cuproso precipitado, que se lavó
con tolueno y se secó. Se obtuvieron 9,5 gramos de cloru-
ro cuproso (calculado, 9,5 gramos de cloruro cuproso).
20

Una porción del sorbente líquido fué enfriada
a 23°C y filtrada. Hubo una recuperación del 66% del com-
plejo $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$, a partir del sorbente.

25 Cuando una segunda porción del sorbente líqui-

do fué enfriada hasta 5°C y filtrada, la recuperación del complejo $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ fué del 92%.

5 B. Una porción de 3,1 gramos del complejo $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ recuperado en el Ejemplo 2A fué disuelta en cloruro amónico acuoso. Se obtuvo una solución de complejo de cloruro amónico cuproso que contenía un gel de oxiclорuro de aluminio hidratado, de la que se separó el gel por filtración. Cuando se añadieron al filtrado 10 pequeñas cantidades de ácido clorhídrico y aluminio en polvo, precipitó cobre metálico esponjoso. De esta manera se recuperó del complejo más del 96% del cobre.

15 C. Una porción del complejo $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ recuperado en el Ejemplo 2A fué lavada con tres porciones de tolueno seco, y secada. Una porción de 3,5 gramos del material resultante fué calentada con 50 ml de tolueno seco, en atmósfera de hidrógeno, hasta que fundieron los cristales del complejo. Cuando se enfrió la mezcla, sedimentó en una fracción soluble en tolueno y una fracción 20 insoluble en tolueno. Las fracciones fueron separadas e hidrolizadas con agua que contenía una pequeña cantidad de ácido nítrico. En cada caso se obtuvo la disolución completa. Cuando se analizaron los extractos acuosos se obtuvieron los siguientes resultados:

25

Porción soluble en tolueno -

5,13 milimoles de Cu, 7,04 milimoles de Al y

22,5 milimoles de Cl.

5

Porción insoluble en tolueno -

1,20 milimoles de Cu, 4,10 milimoles de Al y

6,68 milimoles de Cl.

10

Estos datos indican que el 82,4% del Cu como $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{tolueno}$, y el 39,7% del AlOCl , estaban en la porción soluble en tolueno, y el 17,6% del $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{tolueno}$ y el 60,3% del AlOCl no fueron disueltos por el tolueno.

Ejemplo 3

15

20

25

Un gas residual de procedimiento de acetileno, que contenía aproximadamente 30 por ciento en moles de monóxido de carbono, aproximadamente 70 por ciento en moles de hidrógeno y metano, y aproximadamente 0,1 por ciento en moles de agua fué introducido a temperatura ambiente y aproximadamente 10 atmósferas de presión en una columna de absorción. Al entrar en la columna, la corriente de gas se puso en contacto con un sorbente líquido que era una solución que contenía 22 por ciento en moles de tetracloruro de aluminio cuproso y 78 por ciento en moles

de tolueno. La cantidad de sorbente que se introdujo en la columna era aquella que contenía el tetracloruro de aluminio cuproso suficiente para reaccionar con todo el monóxido de carbono y agua de la corriente de gas. El monóxido de carbono y el agua de la corriente de gas reaccionaron con el sorbente a medida que pasaba por la columna, formando una mezcla de reacción que contenía el complejo $\text{CO}:\text{CuAlCl}_4$ y el complejo $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ disuelto en tolueno. El gas de salida no contenía sustancialmente nada de monóxido de carbono, y nada de agua. La mezcla de reacción que contenía los complejos fué filtrada, y el filtrado se introdujo en una columna de arrastre con vapor en la que se puso en contacto con vapor de benceno a 80°C . La mezcla de vapor de benceno y monóxido de carbono que salió de la columna fué enfriada, para condensar el benceno y separarlo del monóxido de carbono.

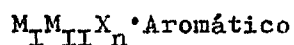
La solución arrastrada fué enfriada hasta 5°C , y el $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ precipitado fué separado de ella por filtración, y se lavó hasta estar exento de $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{tolueno}$ ocluido, con tolueno. El filtrado se devolvió a la columna de absorción. El $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$ se trató con tolueno a ebullición. Se obtuvo una suspensión de AlOCl en una solución en tolueno que contenía 80 por ciento en moles de $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{tolueno}$, y 20 por ciento en moles de AlOCl . Tras haber eliminado el AlOCl pre-

5
cipitado, la solución se enfrió hasta 5°C para precipitar de ella $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{AlOCl} \cdot \text{tolueno}$. Tras filtración, el filtrado, que comprendía $\text{CuAlCl}_4 \cdot \text{tolueno}$ en tolueno, se devolvió a la columna de absorción.

10 REIVINDICACIONES

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

20 1ª.- Procedimiento para la separación de un compuesto de una corriente de gas, siendo dicho compuesto una base de Lewis más fuerte que los haluros de metales del grupo I-B y conteniendo dicha corriente de gas al menos una de tales bases de Lewis, que comprende las etapas de: a) poner en contacto dicha corriente de gas con un sorbente líquido que es una solución, en un hidrocarburo aromático, de un complejo de sal bimetálica que
25 tiene la fórmula genérica:



5 donde M_I es un metal del grupo I-B, M_{II} es un metal del grupo III-A, X es halógeno, n es la suma de las valencias de M_I y M_{II} , y Aromático es un hidrocarburo aromático monocíclico que tiene 6 a 12 átomos de carbono, formando así una mezcla de reacción que comprende complejo de base de Lewis-sal bimetálica y el sorbente líquido; y b) separar dicha mezcla de reacción de la corriente de gas.

10 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, donde la corriente de gas que se pone en contacto con el sorbente líquido contiene menos de aproximadamente 5 por ciento en moles de dicha base de Lewis.

15 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, donde la corriente de gas que se pone en contacto con el sorbente líquido contiene menos de 1 por ciento en moles de dicha base de Lewis.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, donde la base de Lewis de la corriente de gas es agua.

20 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, donde el complejo de sal bimetálica es $CuAlX_4 \cdot \text{Aromático}$.

6ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, donde el sorbente líquido es una solución de $CuAlCl_4 \cdot \text{tolueno}$ en tolueno.

25 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,

donde la corriente de gas se pone en contacto con el sor-
bente líquido a una temperatura entre aproximadamente
-10°C y el punto de ebullición del hidrocarburo aromá-
tico, a una presión entre aproximadamente 0,5 atmósferas
5 y 30 atmósferas.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación
1ª, donde la corriente de gas se pone en contacto con el
sorbente líquido a temperatura ambiente y a una presión
entre 1 atmósfera y 10 atmósferas.

10 9ª.- Procedimiento para la separación de
un compuesto de una corriente de gas.

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

15 Esta Memoria consta de veintidós hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 01 JUN 1976

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder.



23-5-76

-22-

LFG.