

447438

2 OCT. 1975

P.- 61.262

Docket No.
R- 13650

MEMORIA DESCRIPTIVA

AG 14; Co. 1C

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA
por VEINTE años

A nombre de OWENS-ILLINOIS, INC.

entidad norteamericana

establecida en 405 Madison Avenue, Toledo, Ohio,
Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO MEJORADO DE PURIFICACION DE AIRE
HUMEDO"

Es sabido que el vidrio, en su estado primitivo, es un material muy resistente. Desgraciadamente, los arañazos y abrasiones sobre la superficie del vidrio disminuyen considerablemente su resistencia. Por consiguiente, los recipientes de vidrio, tales como tarros, frascos, tambores y similares tienen su máxima resistencia en cuanto se forman, y esta resistencia disminuye a medida que los recipientes se ponen en contacto unos con otros y con otras superficies, como ocurre durante la inspección, el manejo, embalaje, transporte, y uso del material de vidrio por el usuario.

Para resolver este problema, ha habido un gran esfuerzo de investigación en la industria del vidrio, dirigido al desarrollo de recubrimientos que conserven la resistencia del vidrio y permiten manejar, llenar y utilizar los recipientes de vidrio por el usuario.

En muchos de estos procedimientos de recubrimiento, el recipiente de vidrio se recubre pirolizando sobre él halogenuros metálicos volátiles, tales como cloruros de estaño ó titanio, durante las operaciones finales calientes del proceso de formación, en que la temperatura está frecuentemente en el intervalo de 482 a 593°C, y después se vuelve a recubrir, sobre el recubrimiento anterior, con un recubrimiento orgánico protector, en el extremo frío del horno de recocido. Se cree que esta reacción de pirólisis forma el correspondiente óxido metálico, aunque pueden for-

marse otros compuestos metálicos sobre la superficie del vidrio. Estos recubrimientos del "extremo caliente" se ilustran en las Patente de los EE.UU. 3.323.889, 3.425.859, 3.598.632, 3.554.787, 3.498.825, 3.418.154, 3.420.693, 3.445.269, 3.407.085, 3.414.429, 3.352.707, 3.819.346, 5 Re 28.076, 3.819.404, 3.827.870, 3.498.819, 2.375.482, 3.684.469 y 3.561.940. Los tipos anteriores de recubrimientos son recubrimientos en "línea de producción", porque su aplicación se efectúa como parte de la serie de formación y 10 recocido.

Aunque estas reacciones de pirólisis del extremo caliente dan un recubrimiento beneficioso, también crean problemas indeseables de contaminación en la operación global de fabricación del recipiente de vidrio. Cuando se recubre con vapor de cloruro estánnico, un tanto por ciento importante del SnCl_4 (probablemente más del 90%) no se piroliza sobre el material de vidrio, sino que atraviesa la cámara de recubrimiento y subsiguientemente es arrastrado hacia el exterior en la corriente de escape. Esto es indeseable 15 tanto desde un punto de vista económico como de consideración del medio ambiente. Además, un producto de reacción de la pirólisis es cloruro de hidrógeno gaseoso (HCl gaseoso), que se elimina con la corriente de escape. Así pues, el gas de escape de la cámara de recubrimiento no puede expulsarse 20 simplemente a la atmósfera que circunda a la instalación de 25

fabricación de recipientes de vidrio, por la gran proporción de SnCl_4 en vapor y el HCl gaseoso arrastrados, el último de los cuales reacciona con vapor o gotas de agua formando ácido clorhídrico.

5 La presente invención resuelve estos problemas proporcionando un procedimiento eficaz y atractivo desde el punto de vista económico y de medio ambiente, para separar y recuperar halogenuros metálicos en vapor de la corriente gaseosa efluente del procedimiento de recubrimiento de material de vidrio que se realiza en el "extremo caliente" del proceso.

15 Hasta ahora se han empleado muchos procedimientos para resolver este problema. La mayor parte de estos procedimientos se refieren a algún tipo de sistema de purificación en húmedo, en el que la corriente gaseosa efluente se pone en contacto con un líquido alcalino, formando un lodo químico que se trata posteriormente para lograr la recuperación. Se muestran procedimientos de este tipo general en la Patente de los EE.UU. nº 3.789.109 y en el artículo titulado "Pollution Control at Lower Cost", por D.V. Gordon, The Glass Industry, Feb. 1974.

20 La presente invención representa un camino distinto del de estos procedimientos de la técnica anterior, proporcionando un procedimiento de reacción en fase de vapor, que da como resultado la formación directa de un pro-

ducto sólido fácilmente recuperable, y por lo tanto elimina la necesidad de reaccionantes y productos de reacción líquidos, y las consiguientes desventajas en su manejo y recuperación.

5 Para alcanzar los objetos de esta invención, una de las características se basa en:

 mezclar amoníaco u otra amina volátil con una corriente gaseosa que contiene halogenuros metálicos en forma de vapor, para formar una mezcla de reacción gaseosa; mantener dicha mezcla gaseosa de reacción a una temperatura y durante un tiempo suficientes para formar un producto de reacción sólido, y

 separar dicho producto sólido de reacción de la mezcla de reacción gaseosa.

15 La expresión halogenuro metálico, tal como se emplea aquí, comprende compuestos metálicos (incluyendo el silicio) que tienen una fórmula empírica que comprende uno o más halogenuros. No se ha encontrado que la presencia de otros componentes, tales como oxígeno o radicales orgánicos, en la fórmula empírica, además del halogenuro, sea perjudicial para su comportamiento. En una realización comercial particularmente importante de la presente invención, la corriente gaseosa que contiene los halogenuros metálicos en forma de vapor es el efluente de un procedimiento de recubrimiento de material de vidrio en el que se piroliza un ha

logenuro de estaño sobre la superficie caliente del vidrio. En la práctica comercial, el halogenuro de estaño es cloruro estánnico, aunque también pueden recuperarse según los principios de la invención yoduro estánnico, bromuro estánnico, SnBr_3Cl , SnBrCl_3 , SnCl_2I_2 , en forma de vapor, dicloruro de dibutilestaño, dicloruro de dimetilestaño, y cloruro estannoso, en forma de vapor. Otros halogenuros de estaño sustituidos por radicales orgánicos incluyen el dibromuro de diisopropilestaño, cloruro de trimetilestaño, cloruro de tripropilestaño, cloruro de trifenilestaño, dicloruro de dimetilestaño, como en las Patentes de los EE.UU. 3.647.531, 3.420.693, 3.352.707, 3.705.054, o en una solicitud de patente japonesa publicada, la 69/18.747; dicloruro de dilaurilestaño, dicloruri de dibutilestaño, dicloruro de difenilestaño, como en la de los EE.UU. nº 2.567.331; cloruro de trivencilestaño, cloruro de tributilestaño, tricloruro de toluilestaño, tribromuro de etilestaño, como en la Patente de EE.UU. 2.614.944. El procedimiento es aplicable también a la recuperación de otros halogenuros metálicos en forma de vapor, incluyendo halogenuros y oxihalogenuros de vanadio (por ej. oxicloruro de vanadio, tetracloruro de vanadio, pentoxicloruro de vanadio), halosilanos sustituidos y no sustituidos (por ej. tetraclorosilano, metil-triclorosilano), cloruro de aluminio y halogenuros de titanio, tales como tetracloruro de titanio.

Tal como se emplea aquí, el término "amina" se refiere a compuestos que contienen un grupo amino sustituido o no sustituido, y comprende amoníaco, metilamina, trimetilaminas, dimetilaminas, etilaminas, propilaminas, butilaminas y pentilaminas. De ellos se prefiere el amoníaco porque se puede hacer fácilmente volátil para lograr una reacción eficaz, se dispone de él fácilmente y es relativamente poco costoso.

El tiempo y la temperatura de reacción entre la amina gaseosa y el halogenuro metálico en forma de vapor no son particularmente críticos, siempre que el efecto combinado sea suficiente para permitir una reacción completa entre ellos. En la reacción entre cloruro estánnico y amoníaco en forma de vapor, la reacción tiene lugar en menos de unos 15 minutos, siendo suficiente un tiempo de residencia de cerca de aproximadamente 1/10 segundo a aproximadamente 1 minuto para la mayoría de las aplicaciones.

La temperatura de reacción es usualmente función de la temperatura de la corriente de gases de escape. La temperatura del gas de escape de la pirólisis de cloruro estánnico sobre recipientes de vidrio varía usualmente desde aproximadamente 219°C a aproximadamente 176,5°C, siendo típicamente de aproximadamente 32°C a aproximadamente 121°C para la mayor parte de las instalaciones de tratamiento de material de vidrio.

Las proporciones molares de amina a halogenuro de metal dependen del producto de reacción formado, y se de terminan fácilmente para cualquier aplicación usando amina suficiente para hacer que la fase gaseosa de la mezcla de reacción sea al menos neutra, y preferiblemente básica, al papel de pH húmedo. Estos resultados de ensayo indican una proporción estequiométrica, o un exceso de amoníaco u otra amina, respectivamente. Corrientemente no es deseable emplear un gran exceso de amina, porque ello significa un despilfarrero y podría causar un problema de "contaminación por amina". Los ensayos descritos en los Ejemplos que siguen indican que cuando la fase gaseosa tiene un pH de 10-11 se obtienen resultados satisfactorios.

En la reacción entre cloruro estánnico y amoníaco, el producto de reacción es un sólido en partículas blanco y seco. Este ensayo se efectúa usualmente una vez que los sólidos se han separado de la mezcla de reacción. Los términos "neutro" y "basico" se usan en su sentido convencional, y se refieren a un pH de aproximadamente 7 y a un pH superior a 7, respectivamente. El término "acido", cuando se usa, se refiere a un pH de menos de 7.

El producto de reacción formado en el procedimiento de la presente invención puede separarse de la mezcla gaseosa de reacción por medio de técnicas convencionales de filtración. Se considera aquí que "filtración"comprende

de filtros, separadores de ciclón y precipitadores electrós
táticos; es decir, cualquier medio de separación de un sólido
dispersado de un gas, cuando la separación implica la se
paración del sólido como tal. Una forma preferida de filtro
5 es el filtro de bolsa convencional (colector de bolsa). Pue
den usarse filtros de fieltro o filtros de tela, con o sin
un recubrimiento previo.

Se admite que ya antes se han descrito procedi
mientos de recuperación de gases en que se emplea amoníaco
10 como agente de precipitación, tal como en la patente de los
EE.UU. nº 1.292.016, que describe el procedimiento para recu
perar bromo en vapor a partir de un gas, tratando el gas con
amoníaco para producir un humo de bromuro de amonio que se
precipita electrostáticamente; en la patente de los EE.UU.
15 nº 3.322.659 y en la patente Canadiense nº 776.088, que des-
criben un procedimiento para recuperar compuestos de flúor
del gas residual de una cuba de reducción de aluminio, tratan
do el gas con amoníaco gaseoso para formar un producto sólido
de reacción que se filtra de la corriente gaseosa, o en la pa
20 tente de los EE.UU. nº 1.907.975, que describe un método para
recuperar yodo a partir de un carbón vegetal tratando el car
bón vegetal con amoníaco gaseoso para formar yoduro de amonio,
que se separa para su recuperación. Sin embargo, en ninguno de
25 estos procedimientos de la técnica anterior se sugieren las
ventajas específicas que se logran en la recuperación de ha-

logenuros metálicos en forma de vapor con aminas por el procedimiento de la presente invención.

Los Ejemplos que siguen indican claramente que los principios de la presente invención son aplicables a la recuperación de halogenuros metálicos en forma de vapor distintos del gas efluente de la pirólisis de halogenuros metálicos sobre material de vidrio caliente.

Los principios de la presente invención se describen también con referencia a los dibujos, en los que la Fig. 1 es una vista en perspectiva de un aparato para recubrir material de vidrio con vapor de halogenuro de estaño, y la Fig. 2 es una vista en perspectiva de un aparato para recuperar el vapor de halogenuro de estaño en exceso generado por la operación de recubrimiento de la Fig. 1.

En la figura 1, el número de referencia 10 indica una cinta transportadora, conocida en general en la técnica como "transportador de listón", que transporta las botellas de vidrio recién formadas desde la máquina formadora al horno de recocido. Sobre el transportador 10 hay situadas varias botellas de vidrio para cerveza recién formadas, 11, que se están conduciendo desde la máquina formadora a un horno de recocido, que son ambos convencionales y no se muestran. Sobre el transportador 10 hay situada una cámara 12 de tratamiento con vapor, que rodea al transportador 10 de modo que las botellas de vidrio 11 recién formadas han de

pasar a su través. En la cámara 12 en la que se están tratando las botellas puede entrar también aire ambiente. La cámara 12 comprende una estructura metálica con la forma general de un túnel, que tiene unas paredes laterales 15 provistas de aberturas 13 y 14 de entrada para la introducción y distribución de cloruro estánnico en forma de vapor.

El vapor de cloruro estánnico se suministra a las aberturas 13 y 14 de entrada desde un cilindro 16, disponible en el comercio, de cloruro estánnico líquido, por medio del tubo 17. El cilindro 16 está equipado también con un tubo de burbujeo 16a. El cloruro estánnico se vaporiza haciendo burbujear un gas inerte seco, tal como aire o nitrógeno, a través del cloruro estánnico líquido, y dirigiendo después la corriente gaseosa resultante, a través del tubo 17, a las aberturas de entrada 13 y 14. El diseño de la cámara 12 no forma parte de la presente invención, y pueden usarse también otros tipos de cámaras, tales como las mostradas en las Patentes de los EE.UU. nos. Re 28.076, 3.819.404, 3.827.870, 3.498.819, 2.375.482 y 3.561.940.

Hay colocada una conducción de escape 18 en la parte superior de la cámara 12, para recibir los gases de escape de la pirólisis del cloruro estánnico sobre el material de vidrio caliente. Para los procedimientos convencionales de tratamiento de botellas, es bastante satisfactoria una instalación de conducción de metal resistente a la corrosión

si3n, pl3stico o fibra de vidrio, con un di3metro nominal de unos 7,6 a 19 cm.

Haciendo referencia ahora a la Fig. 2, la conducci3n de escape 18 lleva situada en su interior una tubería 19 de distribuci3n de amoníaco. La tubería 19 penetra en la conducci3n 18 por medio de un cierre hermético 30, y se prolonga axialmente en la conducci3n 18 en sentido contrario al del flujo de gas de escape, como indica la flecha de trazos. A la tubería de distribuci3n 19 hay conectado un cilindro convencional de amoníaco 20, equipado con una v3lvula reguladora 31, a trav3s de un tubo 21 y un rot3metro 22. En lugar de la tubería 19 pueden usarse otros tipos de boquillas y dispositivos de mezcla de gases.

Aguas abajo de la tubería 19, la conducci3n 18 desemboca en un dispositivo de filtraci3n en forma de un colector de bolsa 23, de diseño convencional. El colector de bolsa 23 comprende un alojamiento rígido 24 provisto de una entrada 32 y una salida 26. En la trayectoria de paso entre la entrada 32 y la salida 26 hay situadas una serie de bolsas filtrantes de tela convencionales, 25, de modo que el gas que entra en el colector de bolsa procedente de la conducci3n 18 tiene que pasar a trav3s de las bolsas 25. Así pues, los s3lidos que haya presente en el gas de escape se filtran en las bolsas 25. El colector de bolsa 23 est3 provisto tambi3n de aberturas de acceso (que no se muestran)

para limpiar y sustituir las bolsas 25 cuando se acumulan los sólidos y disminuye la eficacia de la filtración. Para los procedimientos de tratamiento de recipientes de vidrio convencionales, son muy satisfactorias las bolsas de algodón o material textil sintético con un área de filtración de aproximadamente 4,6 a 46 metros cuadrados por cada cámara de recubrimiento 12.

La salida 26 comunica con la conducción 33, que a su vez está conectada con la toma, o succión, de un soplante 27, de modo que el flujo de gas a través del sistema tiene lugar en la dirección indicada por las flechas de trazos. El soplante 27 descarga la corriente gaseosa de escape 28 purificada.

Ejemplo 1

En una operación en la que se usa el aparato que se acaba de describir, entra cloruro estánnico en forma de vapor en la cámara 12, procedente del cilindro 16. Unas botellas de cerveza recién formadas, que tienen una temperatura de aproximadamente 482°C a 537°C, se transportan a través de la cámara 12, y se piroliza sobre ellas un recubrimiento de óxido de estaño.

El gas de escape que sale de la cámara 12 por la conducción 18 es principalmente aire con aproximadamente 2% de vapor de agua, pero contiene el equivalente a unos 3/4

moles-gramo por hora de vapor de SnCl_4 . El caudal de gas de escape es de aproximadamente 5600 litros normales por minuto, y la temperatura es de aproximadamente 38°C . El gas de escape es ácido (es decir un pH inferior a 3) por ensayos frente a papel pH húmedo.

Se introduce amoníaco gaseoso a través de la tubería de distribución 19, en proporción suficiente para dar una concentración de aproximadamente 300 partes (en volumen) por millón (partes en volumen) de NH_3 en el gas de escape. Esta concentración es la equivalente a 4,5 moles-gramo de NH_3 por $3/4$ moles-gramo de SnCl_4 presentes en el gas de escape. El amoníaco gaseoso se mezcla inmediatamente y reacciona con el gas de escape que hay en la conducción 18, formando un producto de reacción en partículas, blanco y seco, que se recupera empleando bolsas de tela convencionales que tienen un área de filtración de 9,3 metros cuadrados en el colector de bolsa 23. El tiempo de residencia para que tenga lugar la reacción en la conducción 18 antes de alcanzar el colector de bolsa 23 es de aproximadamente $1/2$ a 1 segundo. La corriente gaseosa de escape 28 purificada está esencialmente exenta de SnCl_4 y HCl (es decir un análisis químico no detecta la presencia de ninguno de estos componentes), tienen una temperatura de aproximadamente 32°C , es básica al papel pH húmedo (el pH es de más de 10) y tiene una concentración de amoníaco de aproximadamente 100 ppm en

volumen (es decir, el equivalente a 1,5 moles-gramo/hora de NH_3).

Este ensayo indica que se requieren aproximadamente 4 moles de NH_3 gaseoso para reaccionar completamente con 1 mol de SnCl_4 en forma de vapor existente en el gas de escape y hacerlo precipitar.

Se repiten los procedimientos anteriores, excepto en que el gas de escape que sale de la cámara 12 a través de la conducción 18 tiene una temperatura de aproximadamente 93 a 121°C y aproximadamente 1% de vapor de agua. Se obtienen resultados similares, y se cree que el producto blanco en forma de polvo fino recuperado es óxido estánnico hidratado, o cloruro de estaño amónico básico más cloruro de amonio.

Los vapores de halogenuro de estaño generados vaporizando dicloruro de dimetilestano según la solicitud de patente Japonesa 69/18.747 pueden recuperarse por reacción con amoníaco gaseoso, con resultados similares, según el procedimiento anterior.

También pueden obtenerse resultados similares cuando el producto de reacción se precipita y se recupera usando un precipitador electrostático de diseño convencional, tal como en la patente de los EE.UU. nº 1.292.016, o en la Sección 16 de la 3ª edición del Chemical Engineers' Handbook, editado por J.H. Perry: McGraw Hill Book Company, Nueva York

(1950), en lugar del colector de bolsa de los procedimientos anteriores.

Ejemplo 2

5 Para demostrar más aún los principios de la
presente invención, se efectúa la siguiente serie de ensa-
yos empleando un gas de escape sintético formado haciendo
burbujear aire seco (es decir aire secado por paso a través
de gel de sílice) a través de un depósito de cloruro están-
10 nico líquido, y mezclando el vapor de cloruro estánico re-
sultante con diversas proporciones de amoníaco gaseoso en
una cámara de reacción de vidrio transparente, y recuperan-
do el producto de reacción por filtración sobre un filtro
de material textil. En este procedimiento, el caudal de aire
15 seco y el caudal de amoníaco se miden empleando rotámetros
calibrados. A partir de estas medidas, se puede conocer con
un grado razonable de certeza la relación molar de amoníaco
a cloruro estánico en la mezcla de reacción, basándose en
una consideración de la presión de vapor y de la velocidad
20 de volatilización de SnCl_4 . La temperatura de todos los reac-
cionantes es la temperatura ambiente (por ej. unos 21°C) y
los ensayos se efectúan hasta que se establecen condiciones
de equilibrio. Esto requiere menos de un minuto. El gas efluen-
te que sale del filtro se ensaya con papel pH húmedo. Cuan-
25 do el gas de escape da por ensayos reacción básica a causa

del exceso de NH_3 , se deduce que se ha separado esencialmente todo el SnCl_4 , porque no hay enturbiamiento visible de producto de hidrólisis cuando el gas de escape se pone en contacto con la humedad del aire ambiente.

5

Ensayo A

La relación molar de NH_3 a SnCl_4 es de 0,6 a 1. El producto de reacción es un "humo" muy ligero. Se recoge muy poco producto sólido sobre el filtro, y el pH del gas efluente del filtro es ácido al papel pH húmedo, y el SnCl_4 residual que queda en él se hidroliza fácilmente con la humedad del aire ambiente, produciendo una nube blanca.

10

Ensayo B

En este ensayo la relación molar de NH_3 a SnCl_4 es 1 a 1. El producto de reacción es un humo claro que es ligeramente más denso que el humo del Ensayo A. Sobre el filtro se recoge muy poco producto de reacción. El gas efluente del filtro es ácido al papel pH húmedo, y el SnCl_4 residual que hay en él se hidroliza fácilmente con la humedad del aire ambiente, formando una nube blanca.

15

20

Ensayo C

En este ensayo, la relación molar de NH_3 a SnCl_4 es aproximadamente 2,2 a 1, El producto de reacción

25

es una nube blanca densa, y se recupera fácilmente en forma de un producto sólido sobre el filtro. El gas efluente del filtro es ácido al papel pH húmedo, pero no hay nube fácilmente visible de producto de hidrólisis formado por contacto con la humedad del aire ambiente, lo que indica la presencia de poco o nada de SnCl_4 .

Ensayo D

En este ensayo, la relación molar de NH_3 a SnCl_4 es aproximadamente 3,3 a 1. El producto de reacción es un humo blanco muy denso que contiene partículas blancas visibles, que se recuperan fácilmente sobre el filtro. El gas afluente del filtro es básico al papel pH húmedo, y no hay nube visible fácilmente de producto de hidrólisis formado por contacto con la humedad del aire ambiente, lo que indica la presencia de poco o nada de SnCl_4 .

Ensayo E

En este ensayo, la relación molar de NH_3 a SnCl_4 es aproximadamente 9 a 1. El producto de reacción y los resultados son los mismos que en el Ensayo D.

De los ensayos anteriores no se puede sacar una conclusión definitiva sobre la proporción estequiométrica de NH_3 a SnCl_4 . Los datos demuestran, sin embargo, que cuando el gas efluente se hace neutro o básico, se ha sepa-

rado esencialmente todo el SnCl_4 . Se describen reacciones de este tipo en la bibliografía, en Mellor, "A comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry", Longmans, Green and Company, Londres, Vol. VII, 1927, p. 445; 5 E. Bannister y G.W.A. Fowles, J. Chem. Soc., 751 (1958) y E. Bannister y G.W.A. Fowles, J. Chem. Soc., 310 (1959).

Ejemplo 3

Para poner más de manifiesto los principios de
10 la presente invención, un gas de escape sintético, formado haciendo burbujear aire seco a través de un recipiente de tetracloruro de titanio líquido, se mezcla con amoníaco ga
seoso en una cámara de reacción de vidrio transparente equi
pada con un filtro, empleando equipo y procedimientos simi
15 lares a los usados en el Ejemplo 2. Se forma un producto de reacción en forma de pelusa pulverulenta de color blanco ama
rillento. El gas efluente del filtro es ácido al principio al papel de pH húmedo. Después se aumenta gradualmente la
proporción de amoníaco con respecto al vapor de TiCl_4 , has
20 ta que el gas efluente de la cámara de reacción es básico al papel pH húmedo (el pH es de más de 10). En estas condi
ciones, el gas efluente de la cámara de reacción parece es
tar esencialmente exento de tetracloruro de titanio en for
ma de vapor, porque no hay ninguna nube visible de producto
25 de hidrólisis por contacto con la humedad del aire ambiente.

Ejemplo 4

Para demostrar mejor los principios de la presente invención, un gas de escape sintético, formado haciendo burbujear aire seco a través de un depósito de tetracloruro de estaño líquido, se mezcla con dimetilamina gaseosa en una cámara de reacción de vidrio transparente provista de un filtro, empleando equipo y procedimientos similares a los usados en el Ejemplo 2. Se forma un producto de reacción sólido blanco en partículas. El gas efluente del filtro es inicialmente ácido al papel pH húmedo. Después se aumenta gradualmente la proporción de dimetilamina con relación al vapor de SnCl_4 , hasta que el gas efluente de la cámara de reacción es básico al papel pH húmedo. El gas efluente de la cámara de reacción en estas condiciones parece estar esencialmente exento de tetracloruro de estaño en forma de vapor, porque no hay nube visible de producto de hidrólisis por contacto con la humedad del aire ambiente.

Ejemplo 5

Se repiten los procedimientos del Ejemplo 4, excepto en que se usa oxitricloruro de vanadio (VOCl_3) en lugar del tetracloruro de estaño. Se obtienen resultados similares a los del Ejemplo 4, salvo en que el producto sólido de reacción es un polvo de color amarillo pálido.

Ejemplo 6

Se repiten los procedimientos del ejemplo 4, salvo en que se usa metil-triclorosilano $[(CH_3) SiCl_3]$ en lugar del cloruro estánnico. Se obtienen resultados si-

5 milares a los del Ejemplo 4.

Ejemplo 7

Un gas de escape sintético, formado vaporizando tricloruro de butilestaño (obtenido de la MGT Chemicals Inc., Rahway, Nueva Jersey) por mezcla de una corriente de

10 tricloruro de butilestaño líquido con una corriente de aire seco que se había calentado previamente a unos 93-121°C, se mezcla con amoníaco gaseoso en una cámara de reacción de vidrio transparente provista de un filtro, empleando equipo

15 y procedimientos similares a los usados en el Ejemplo 2. El pH del gas efluente de la cámara de reacción se ajusta a - aproximadamente 10 variando la proporción de amoníaco gaseoso. No se observa nada de vapor de tricloruro de butilestaño en el gas efluente de la cámara, y el producto sólido re-

20 cuperado en estas condiciones es un polvo blanco fino.

Por conveniencia en la Memoria, todas las patentes y publicaciones aquí citadas se incorporan como referencia.

Esta solicitud que corresponde a la presentada

25 en los Estados Unidos de América, el 29 de Noviembre de 1974,

bajo el Nº 528.503, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

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:

10
15
20
25
1ª.- Un procedimiento mejorado de purificación de una corriente de aire húmedo que contiene un halogenuro metálico en forma de vapor y los productos gaseoso de pirólisis de dicho halogenuro metálico en el que la mejora comprende mezclar una amina con dicha corriente para formar una mezcla de reacción gaseosa, mantener dicha mezcla de reacción gaseosa a una temperatura y durante un tiempo suficiente para formar un producto de reacción sólido, separar dicho producto de reacción sólido de dicha mezcla de reacción.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la proporción de amina es suficiente para neutralizar la fase gaseosa de dicha mezcla de reacción.

3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª,

en el que la proporción de amina es suficiente para hacer básica la fase gaseosa de dicha mezcla de reacción.

5 4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicha corriente es el efluente formado al pirolizar halogenuro de estaño sobre una superficie de vidrio caliente.

5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 4ª, en el que dicho halogenuro de estaño es SnCl_4 .

10 6ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicha corriente es el efluente formado pirolizando halogenuro de titanio sobre una superficie de vidrio caliente.

7ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicha amina es amoníaco.

15 8ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicha temperatura está en el intervalo de aproximadamente 21°C a aproximadamente 176°C .

20 9ª.- Un procedimiento según la reivindicación 8ª, en el que dicho tiempo es de menos de aproximadamente un minuto.

10ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicho producto de reacción sólido se separa de dicha mezcla de reacción por filtración.

25 11ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicha corriente contiene SnCl_4 en forma

de vapor y el efluente gaseoso que resulta de la pirólisis de SnCl_4 sobre una superficie de vidrio caliente, en el que la mejora comprende mezclar amoníaco con dicha corriente en la proporción suficiente para hacer básica la fase gaseosa de la mezcla de reacción resultante y formar un producto de reacción sólido en partículas, y separar dicho producto de reacción sólido de dicha mezcla de reacción.

12ª.- Un procedimiento según la reivindicación 11ª, en el que dicho producto de reacción sólido se separa de dicha mezcla de reacción por filtración.

13ª.- "UN PROCEDIMIENTO MEJORADO DE PURIFICACION DE AIRE HUMEDO".

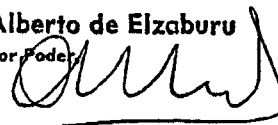
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

MADRID, 04.OCT.1976

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder



17.9.76

CGD.

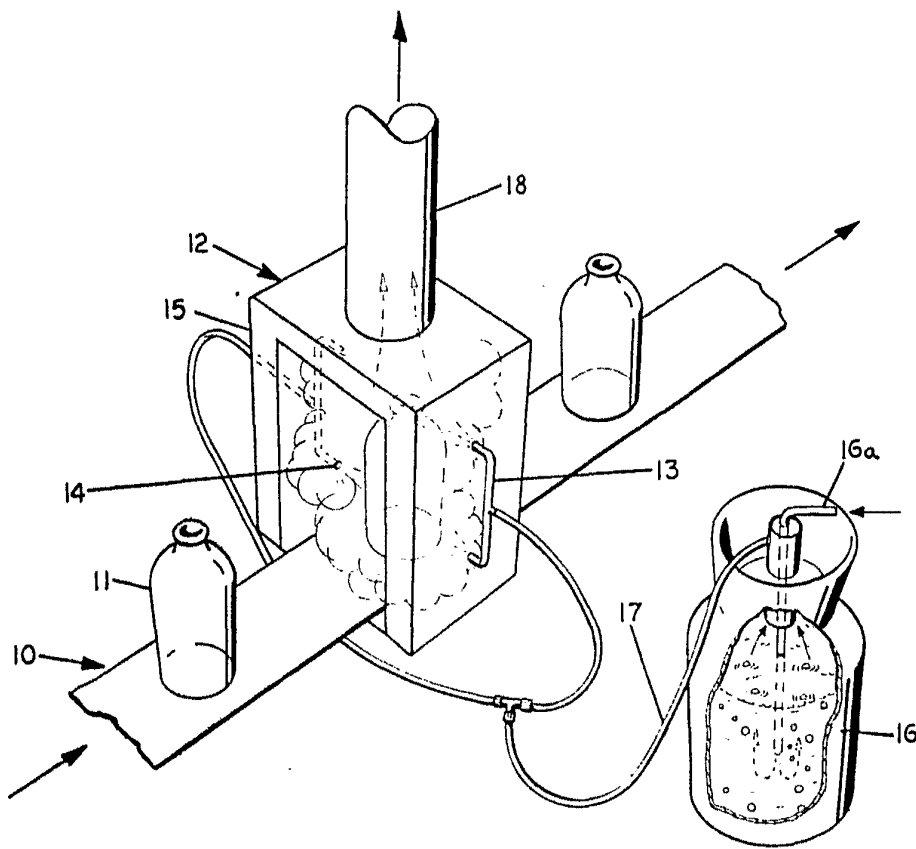


FIG. 1

Walter de Lander
W. de Lander

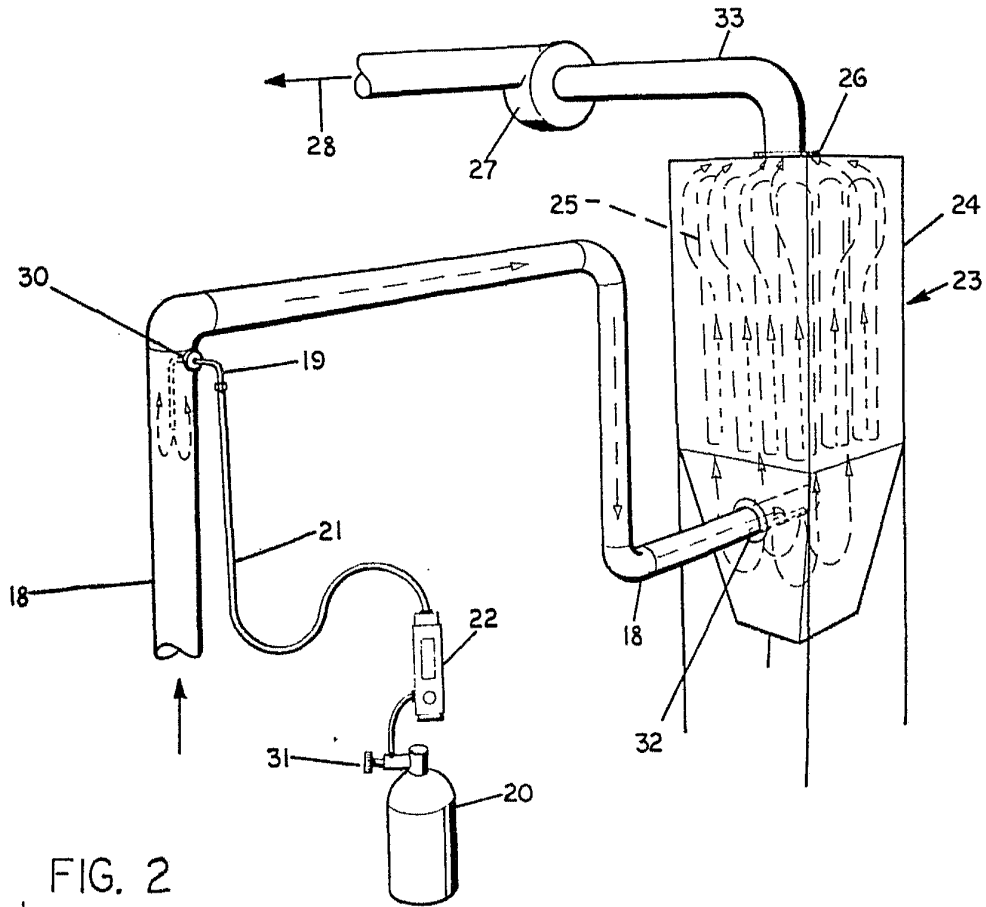


FIG. 2

Alberto de ...
Per ...
Alberto de ...