

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 380 992**

51 Int. Cl.:
B01J 49/00 (2006.01)
C01B 7/07 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08773912 .4**
- 96 Fecha de presentación: **08.07.2008**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **2170512**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.04.2010**

54 Título: **Regeneración de un intercambiador de aniones cargado con hexafluoroestannato**

30 Prioridad:
19.07.2007 DE 102007033524

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.05.2012

73 Titular/es:
**Bayer MaterialScience AG
51368 Leverkusen , DE**

72 Inventor/es:
**ERWE, Torsten;
WERNER, Knud y
WEISSENBERG, Dirk**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 380 992 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Regeneración de un intercambiador de aniones cargado con hexafluoroestannato

Es objeto de la invención un procedimiento para la regeneración de intercambiadores de aniones que están cargados con hexafluoroestannato.

- 5 El ácido clorhídrico concentrado con una concentración mayor del 10 por ciento en peso está con frecuencia contaminado por metales pesados que deben eliminarse antes de seguir usando el ácido.

10 En la bibliografía, estos metales pesados se eliminan por medio de intercambiadores de aniones, dado que los metales pesados se encuentran en su mayor parte como complejos de cloro. Los intercambiadores de iones cargados se regeneran después por medio de agua o bases. A este respecto, los iones de metales pesados se sustituyen por iones hidróxido y se eliminan del intercambiador de iones.

En el caso de Sn (IV) como metal pesado, el estaño se encuentra como complejo de hexafluoroestannato, que sólo es estable a altas concentraciones de ácido clorhídrico. Una regeneración de los intercambiadores de iones cargados no es posible por medio de agua, dado que el estaño forma hidróxido de estaño poco soluble, que precipita en el intercambiador de iones.

- 15 En Fresenius Journal of Analytical Chemistry, volumen 144, Nº 1, 1955, páginas 17-25 se da a conocer que el complejo de hexafluoro SnCl_6^{2-} cargado en el intercambiador de aniones puede eluirse mediante disoluciones de HCl con una concentración por debajo de 1,5 M (como molaridad) y puede regenerarse de manera correspondiente el intercambiador de aniones.

20 La hoja informativa de Bayer AG "Lewatit-Selective ion exchangers Instructions for laboratory trials with Lewatit selective exchange resins" (Technical Information), edición 05.07.97, da a conocer un proceso general para la regeneración de intercambiadores de aniones por medio de disoluciones de ácido clorhídrico puro con una concentración del 7,5 %.

25 El intercambiador de iones puede regenerarse con hidróxido de sodio diluido (concentración de aproximadamente el 1 al 15 por ciento en peso). El Sn (IV) se convierte en un complejo de hexahidroxiestannato soluble. Sin embargo, en el caso de la regeneración con hidróxido de sodio se libera una gran cantidad de calor de neutralización. Además debe usarse una gran cantidad de agua limpia para lavar el intercambiador de iones.

Existía la necesidad de un procedimiento para la regeneración de intercambiadores de aniones cargados con hexafluoroestannato, en el que no se produjeran precipitaciones en el intercambiador de iones y en el que no debieran disiparse grandes cantidades de calor.

- 30 Es objeto de la invención un procedimiento para la regeneración de intercambiadores de aniones, que están cargados con hexafluoroestannato, en el que como agente de regeneración se usa un ácido clorhídrico que contiene del 1 al 10 por ciento en peso de HCl. El agente de regeneración, ácido clorhídrico diluido que contiene Sn (IV), se prepara mediante dilución con agua del ácido clorhídrico concentrado contaminado con Sn (IV) usado para cargar el intercambiador de aniones.

- 35 Sin embargo, sorprendentemente, la regeneración del intercambiador de iones cargado se logra también con ácido clorhídrico contaminado con Sn (IV), cuando éste se diluye con agua hasta una concentración del 1 al 10 por ciento en peso de HCl.

40 Esto posibilita un control de proceso especialmente eficaz. Para purificarlo, el ácido clorhídrico concentrado contaminado con Sn (IV) se conduce a través del intercambiador de aniones. Cuando éstos deben regenerarse, se diluye con agua el ácido clorhídrico concentrado contaminado con Sn (IV) hasta una concentración del 1 al 10 por ciento en peso de HCl y se conduce a través del intercambiador de aniones, para eluir el Sn (IV) unido en el mismo como hexafluoroestannato y para regenerar el intercambiador de aniones. Cuando el intercambiador de aniones está suficientemente regenerado, puede adaptarse de nuevo al ácido clorhídrico concentrado contaminado con Sn (IV) y puede retomarse de nuevo la purificación del ácido clorhídrico concentrado contaminado con Sn (IV).

45 **Ejemplo:**

Se realizó la carga del intercambiador de aniones con una disolución patrón que se preparó a partir de tetracloruro de estaño (SnCl_4) y ácido clorhídrico con una concentración del 32 por ciento en peso. La concentración de estaño de la disolución patrón ascendió aproximadamente a 100 mg/l. El porcentaje en peso (p) del ácido clorhídrico se encontraba en el intervalo entre el 30 y el 32 %.

- 50 Como intercambiador de aniones se usó una resina de intercambio de aniones muy básica (Lewatit® M 500, Lanxess Deutschland GmbH).

El intercambiador de iones se cargó en una columna templada en las siguientes condiciones y se regeneró también a continuación:

ES 2 380 992 T3

5	Diámetro de la columna:	16,4 mm
	Altura del lecho:	51 cm
	Volumen del lecho:	108 ml
	Cantidad de IAT:	67,9 g
	Temperatura:	22 °C
	Caudal:	990 ml/h
	Velocidad de filtración:	4,7 m/h

El intercambiador de iones se cargó en el ensayo con 56,8 mg de Sn/g de M 500 (38,1 g/l de M 500) o 0,62 eq./l.

- 10 En el ensayo, para regenerar el intercambiador de iones con agua desmineralizada, se mostró que únicamente se eliminaba estaño del intercambiador de iones al inicio de la regeneración. Al inicio de la regeneración el ácido clorhídrico que se encontraba aún en la columna se diluyó hasta bajas concentraciones y condujo a una regeneración inicial (véase la figura 1). Esto se manifestó también examinando los valores de pH en la salida de la columna. Al inicio de la regeneración éste se encontraba por debajo de 0. Después de que éste se elevara hasta por encima de 1 ya no pudo detectarse tampoco ninguna regeneración.
- 15 Se regeneró un intercambiador de iones cargado adicional con ácido clorhídrico con una concentración del 1,5 por ciento en peso. En este caso pudo regenerarse casi por completo el intercambiador de iones (véase la figura 2).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la regeneración de intercambiadores de aniones que están cargados con hexafluoroestannato, en el que como agente de regeneración se usa un ácido clorhídrico que contiene del 1 al 10 por ciento en peso de HCl, **caracterizado porque** el agente de regeneración es ácido clorhídrico diluido que contiene Sn (IV).
- 5 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el ácido clorhídrico diluido que contiene Sn (IV) se prepara mediante dilución con agua del ácido clorhídrico concentrado que contiene Sn (IV) usado para cargar el intercambiador de aniones.

Fig. 1

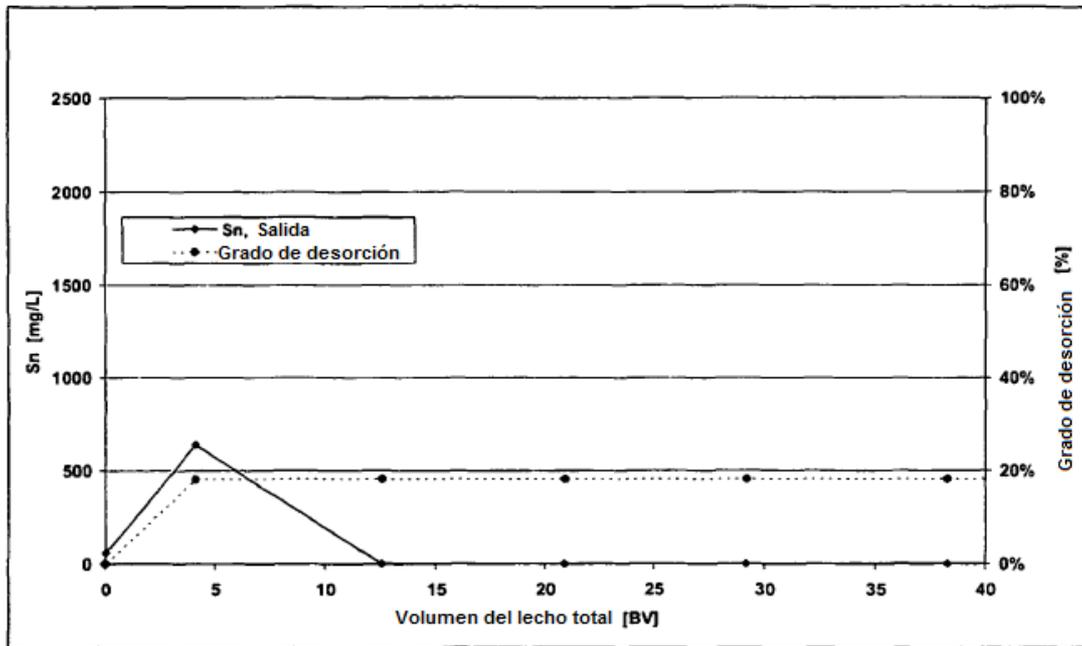


Fig. 2

