

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 773 011**

51 Int. Cl.:

C01F 7/47 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.12.2008 PCT/US2008/087963**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.07.2009 WO09086273**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.12.2008 E 08868750 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.11.2019 EP 2240409**

54 Título: **Método para la retirada de impurezas y agua del proceso Bayer**

30 Prioridad:

28.12.2007 US 17185 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.07.2020

73 Titular/es:

**CYTEC TECHNOLOGY CORP. (100.0%)
300 DELAWARE AVENUE
WILMINGTON, DELAWARE 19801, US**

72 Inventor/es:

**TAYLOR, MATTHEW;
HARRIS, DOUGLAS, J.;
CHEN, HAUNN-LIN, TONY y
COCALIA, VIOLINA**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 773 011 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

Método para la retirada de impurezas y agua del proceso Bayer

ANTECEDENTES

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere, en general, a métodos y composiciones para tratar corrientes del proceso Bayer. Más particularmente, se refiere a métodos de extracción con disolvente que utilizan una sal orgánica para retirar constituyentes no deseados (tales como oxalato) de corrientes del proceso Bayer.

Descripción de la técnica relacionada

- 10 El proceso casi universalmente usado para la fabricación de alúmina es el proceso Bayer. En un proceso Bayer comercial típico, se pulveriza bauxita en bruto dando un estado finamente dividido. La mena pulverizada se alimenta entonces a una mezcladora de suspensión donde se prepara una suspensión usando líquido agotado y sosa cáustica añadida. Esta suspensión de bauxita se diluye entonces y se envía a través de una serie de digestores, donde, a aproximadamente 149 °C a 427 °C (300-800 °F) y 0,69 MPa a 13,79 MPa (100-2000 p.s.i.), se extrae aproximadamente 98 % de la alúmina disponible total de la mena que puede contener las formas de tanto trihidrato como monohidrato de alúmina. El efluente de los digestores pasa a través de una serie de tanques de venteo o de descarga en donde se recuperan calor y condensado a medida que se enfría la suspensión a aproximadamente 110 °C (230 °F) y se lleva a presión atmosférica. El líquido de aluminato que abandona la operación de venteo normalmente contiene aproximadamente 1-20 % de sólidos, que incluyen los residuos insolubles que quedan después de la reacción entre la mena de bauxita y el material básico usado para digerir la mena y los componentes insolubles que precipitan durante la digestión.

- 20 Las partículas sólidas más gruesas se retiran, en general, con un ciclón de "trampa de arena". Para separar las partículas sólidas más finas del líquido, la suspensión se alimenta normalmente al pozo central de un sedimentador de lodos (también denominado un decantador, un espesador de residuos, o un espesador de rastrillo) donde se trata con un floculante. A medida que sedimenta el lodo, la disolución de aluminato de sodio clarificada, denominada líquido "verde" o líquido "cargado", rebosa una presa en la parte superior del tanque de sedimentación de lodo y pasa a etapas de procesamiento posteriores. Los sólidos sedimentados ("lodo rojo") se retiran del fondo del sedimentador de lodo y se pasan a través de un circuito de lavado en contracorriente (denominado "el tren lavador") para la recuperación adicional de aluminato de sodio y sosa. El líquido de aluminato que rebosa del sedimentador (sedimentador o rebose del espesador) todavía contiene diversas impurezas, tanto disueltas como sin disolver, que incluyen normalmente 50 a 200 mg de sólidos suspensos sin disolver por litro. Este líquido se clarifica, en general, adicionalmente por filtración para retirar sólidos en suspensión sin disolver dando un filtrado con aproximadamente 10 mg o menos de sólidos suspensos sin disolver por litro de líquido. La alúmina, en forma relativamente pura, se precipita entonces del filtrado como cristales de trihidrato de alúmina. La fase líquida restante o líquido agotado se puede concentrar para formar líquido "fuerte", del que se puede precipitar trihidrato de alúmina adicional y del que se puede generar líquido gastado adicional. Las corrientes de líquido gastado normalmente se devuelven a la etapa de digestión inicial y se emplean como un digestante de mena adicional después de ser reconstituidas con sosa cáustica adicional.

- 35 La mena de bauxita, en general, contiene impurezas orgánicas e inorgánicas, cuyas cantidades son específicas para la fuente de bauxita. Durante las fases tempranas de la digestión, el líquido de Bayer contiene una amplia variedad de compuestos orgánicos que incluyen ácidos polibásicos, polihidroxiácidos, alcoholes y fenoles, ácido bencenocarboxílico, ácidos húmicos y fúlvicos, lignina, celulosa, y otros hidratos de carbono. En condiciones alcalinas oxidantes tales como las existentes en el sistema de Bayer, estas moléculas orgánicas complejas se degradan formando otros compuestos tales como sales de sodio de ácidos fórmicos, succínicos, acéticos, lácticos y oxálicos. Los predominantes entre estos es el oxalato de sodio.

- 45 El oxalato de sodio tiene una baja solubilidad en disoluciones cáusticas y entonces, si no se controla adecuadamente, tiende a precipitar en una forma acicular (tipo agujas finas) en regiones del circuito de Bayer donde hay un aumento en la causticidad o disminución en la temperatura. Estas agujas de oxalato de sodio finas pueden nuclear trihidrato de alúmina e inhibir su aglomeración, dando como resultado partículas finas de gibbsita no deseables que son difíciles de clasificar y son inferiores a las ideales para la calcinación. La excesiva generación de partículas finas puede conducir al bloqueo de los poros en las telas de filtración durante la filtración del líquido de rebose más denso, disminuyendo, por tanto, no deseablemente la tasa de filtración.

- 50 Durante la etapa de calcinación, el oxalato se puede descomponer dejando partículas frágiles de alúmina que tienen alto contenido de sodio, que a su vez pueden aumentar el coste de producción del aluminio y posteriormente producir niveles no deseables de emisiones de CO₂. Además, debido a la formación de oxalato de sodio: (1) se puede aumentar el crecimiento de cascarilla; (2) puede haber un aumento en el punto de ebullición del líquido; (3) se pueden observar pérdidas cáusticas en el circuito (debido a la formación de sales orgánicas de sodio); y/o (4) pueden aumentar la viscosidad y densidad del líquido de Bayer, dando como resultado el aumento de los costes de transporte de material.

La presencia de oxalato y/u otras especies orgánicas tales como glucoisoscárinato, gluconato, tartrato y manitol puede disminuir el rendimiento de precipitación de gibbsita. La presencia de gluconato puede reducir la tasa de crecimiento de gibbsita. La presencia de sustancias húmicas en el líquido de Bayer es común. Debido a su naturaleza tensioactiva, las sustancias húmicas de peso molecular medio y alto son frecuentemente responsables de la espumación del líquido y la interferencia con la floculación de lodo rojo. Altos niveles de material orgánico en el líquido de Bayer también pueden dar como resultado una disminución en la eficiencia de coagulación y la claridad del sobrenadante durante el circuito de lodo rojo. El trihidrato de alúmina que contiene altos niveles de materia orgánica también tiende a producir un producto final que tiene un nivel de coloración y/o nivel de impurezas no deseablemente alto.

Como el proceso de Bayer es cíclico, se tiende a acumular materia orgánica que entra en la corriente de proceso con cada ciclo del proceso, determinándose la concentración de impurezas en estado estacionario por corrientes de entrada y salida del proceso. Las principales salidas orgánicas son el circuito de lodo rojo con el producto de gibbsita, por oxidación a dióxido de carbono o carbonato y por cualquier etapa de retirada orgánica en el sitio.

Se han tratado métodos para tratar del problema de las impurezas orgánicas. Véase, por ejemplo: Foster y Roberson, *Light Met.*, (1988), 79; documento de patente US 7.067.106; Tran et al., *Light Met.*, (1986), 217; Stuart, *Light Met.*, (1988), 95; Yamada et al., *Light Met.*, (1981), 117; Brown, *Light Met.*, (1989), 121; documento de patente US 4.280.987; Shibue et al., *Light Met.*, (1990), 35; Kumar, *Light Met.*, (1991), 1229; Hollanders y Boom, *Light Met.*, (1994), 91; Perrotta y Williams, *Light Met.*, (1995), 77; Perrotta y Williams, *Light Met.*, (1996), 17; Williams y Perrotta, *Light Met.*, (1998), 81; documento de patente US 4.496.524; The and Bush, *Light Met.*, (1987), 5; Pulpeiro et al., *Light Met.*, (1998), 89; Farquharson et al., *Light Met.*, (1995), 95; documentos de patente US 5.385.586; US 4.036.931; Bangun y Adesina, *App. Catalysis A: Gen.*, (1998), 175:221; Pareek et al., *Adv. Environ. Res.*, (2003), 7:411; documento de patente WO 97/22556; Atkins, y Grocott, *Light Met.*, (1993), 151; Cousineau y The, *Light Met.*, (1991), 139; documentos de patente US 4.902.425; US 5.284.634; WO 07/066143. Sin embargo, a pesar de estos esfuerzos, existe una necesidad que se siente desde hace tiempo de métodos mejorados de retirada de impurezas de corrientes del proceso Bayer.

Sumario de la invención

En una realización, se proporciona un método de purificación de una corriente del proceso Bayer. El método comprende proporcionar una fase líquida que comprende una cantidad de extracción de oxalato de una sal orgánica, en donde la sal orgánica comprende un catión orgánico cuaternario, y en donde la fase líquida es al menos parcialmente inmiscible con la corriente del proceso Bayer. La corriente del proceso Bayer se entremezcla con la fase líquida en una cantidad eficaz para formar una mezcla líquido/líquido bifásica, en donde la mezcla líquido/líquido bifásica comprende una fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente de sal orgánica. La fase principalmente de proceso Bayer se separa al menos parcialmente de la fase principalmente de sal orgánica para formar una fase principalmente de proceso Bayer separada y una fase principalmente de sal orgánica separada. En el método, la entremezcla es eficaz para reducir la concentración de oxalato en la corriente del proceso Bayer.

En otra realización, se proporciona una composición que comprende una mezcla líquido/líquido bifásica, en donde la mezcla líquido/líquido bifásica comprende una fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente de sal orgánica, y en donde la fase de sal orgánica comprende una cantidad de extracción de oxalato de un catión orgánico cuaternario.

Estas y otras realizaciones se describen en mayor detalle a continuación.

Descripción detallada

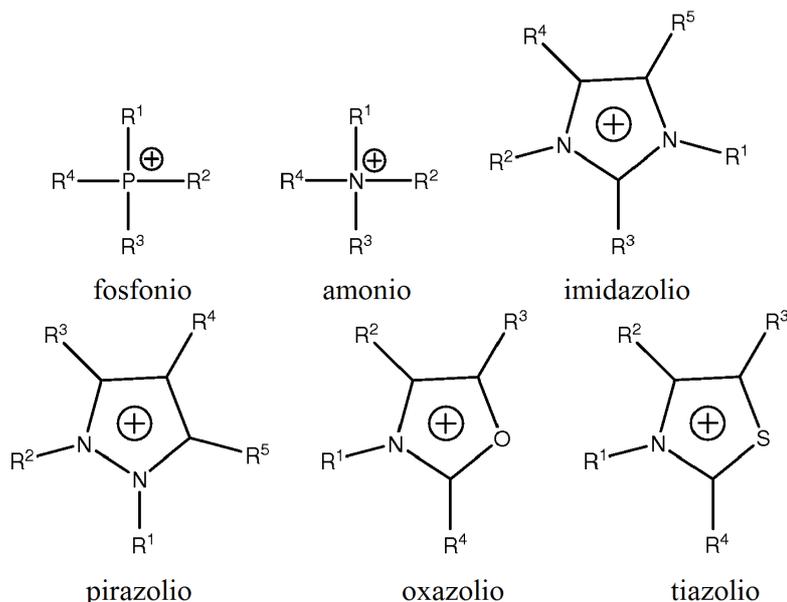
Diversas realizaciones descritas en el presente documento se refieren a composiciones y métodos de purificación de una corriente de proceso Bayer. Una corriente de proceso Bayer es una corriente de líquido generada durante el proceso Bayer e incluye las diversas corrientes del proceso Bayer mencionadas anteriormente, que incluyen rebose del espesador, líquido cargado, líquido agotado y corrientes de líquido fuerte. En términos generales, los métodos de purificación descritos en el presente documento son extracciones líquido/líquido que implican extraer constituyentes no deseados (por ejemplo, oxalato) de una corriente de proceso Bayer entremezclando con un extrayente que es al menos parcialmente inmiscible con la corriente de proceso Bayer, luego separando las fases resultantes. Se ha encontrado que los extrayentes líquidos que contienen una sal orgánica son altamente eficaces para extraer impurezas no deseadas. Los métodos descritos en el presente documento se pueden implementar en forma de una operación unitaria de retirada de impurezas que se añade al proceso Bayer en cualquier punto después del espesador a través de la digestión, siendo la localización preferida directamente después de la etapa de precipitación de trihidrato de alúmina final. Los ejemplos de impurezas que se pueden retirar incluyen, pero no se limitan a, especies orgánicas (por ejemplo, oxalato, formiato, acetato y humatos) y/o especies inorgánicas (por ejemplo, las que disminuyen la pureza del trihidrato de alúmina tal como cloruro, sulfato, óxidos de galio y/o hidróxidos de galio). Además de retirar las impurezas aniónicas no deseables del proceso, la concentración cáustica (OH⁻) se puede aumentar en el líquido de Bayer mediante intercambio aniónico durante la extracción de impurezas, creando beneficio económico adicional al usuario final. Por ejemplo, se puede retirar agua de la corriente de proceso

Bayer, se puede extraer vapor en la fase líquida, particularmente cuando la sal orgánica catiónica está asociada con cantidades significativas de aniones hidróxido. Entonces se pueden separar las fases, reduciéndose así el nivel de agua en la corriente de proceso Bayer.

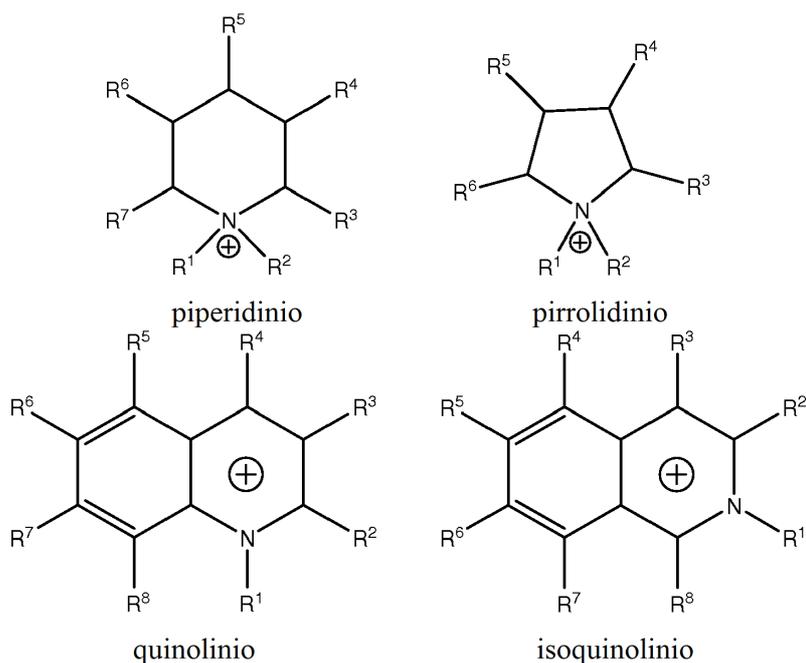
Se pueden extraer impurezas orgánicas y/o inorgánicas de una corriente de Bayer en la fase líquida de extrayente. Por ejemplo, en una realización en la que la sal catiónica es hidróxido de tetrabutilamonio, aproximadamente 48,2 por ciento en peso de oxalato/succinato y aproximadamente 85,6, 91,7 y 96,1 por ciento en peso de iones acetato, formiato y cloruro, respectivamente, se pueden retirar de líquido de Bayer. El contenido de carbono orgánico total (TOC) se puede reducir en aproximadamente 63,0 por ciento en peso en el líquido de Bayer. Por tanto, se puede observar una fuerte reducción visual en el color del líquido de Bayer después del contacto con la disolución rica en catión orgánico cuaternario. En otra realización en la que la sal catiónica es hidróxido de tetrabutilfosfonio, se puede retirar aproximadamente 53,38 por ciento en peso de oxalato/succinato, 83,93, 91,93, 96,48 por ciento en peso de iones acetato, formiato y cloruro, respectivamente, del líquido de Bayer. El contenido TOC en el líquido de Bayer se puede reducir en aproximadamente 67,7 por ciento en peso.

Una realización proporciona un método de purificación de una corriente de proceso Bayer que comprende proporcionar una fase líquida que comprende una cantidad de extracción de oxalato de una sal orgánica y entremezclar la corriente de proceso Bayer con la fase líquida en una cantidad eficaz para formar una mezcla líquido/líquido bifásica. La sal orgánica comprende un catión orgánico cuaternario, y la fase líquida es al menos parcialmente inmiscible con la corriente de proceso Bayer. La mezcla líquido/líquido bifásica resultante contiene una fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente de sal orgánica. La separación de la fase principalmente de proceso Bayer de la fase principalmente de sal orgánica forma una fase principalmente de proceso Bayer separada y una fase principalmente de sal orgánica separada. La entremezcla de la cantidad de extracción de oxalato de una sal orgánica con la corriente de proceso Bayer es eficaz para reducir la concentración de oxalato en la corriente de proceso Bayer. La presente invención no está regida por teoría de operación, pero se cree que la extracción de agua e impurezas (tales como oxalato) de la corriente de proceso Bayer dentro de la fase líquida con la que se mezcla se facilita por las condiciones de mezcla y la presencia de la sal orgánica en la fase líquida. En algunas realizaciones, la entremezcla también es eficaz para reducir la concentración de una o varias de otras impurezas en la corriente de proceso Bayer, tal como una impureza inorgánica (por ejemplo, cloruro).

El extrayente de fase líquida contiene una sal orgánica que comprende un catión orgánico cuaternario. Los ejemplos de sales orgánicas adecuadas se describen en el presente documento e incluyen los denominados "líquidos iónicos". Los ejemplos de cationes orgánicos cuaternarios incluyen fosfonio, amonio, imidazolio, pirrolidinio, quinolinio, pirazolio, oxazolio, tiazolio, isoquinolinio y piperidinio. Los expertos en la técnica entenderán que los ejemplos anteriores de cationes orgánicos cuaternarios engloban versiones sustituidas de los mismos, que incluyen los siguientes:



35



en donde R¹ a R⁸ se seleccionan cada uno independientemente de un hidrógeno, o un grupo alquilo C₁-C₅₀ opcionalmente sustituido, donde los sustituyentes opcionales incluyen uno o más seleccionados de funcionalidades alquilo, alqueno, alquino, alcoxilquilo, ácido carboxílico, alcohol, carboxilato, hidroxilo y arilo. R¹ a R⁸ comprenden cada uno individualmente desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 50 átomos de carbono, por ejemplo, desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 20 átomos de carbono.

El término "alquilo", como se usa en el presente documento, puede ser un grupo de hidrocarburo ramificado o sin ramificar que comprende de 1 a 50 átomos de carbono (es decir, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo, pentilo, hexilo, heptilo, octilo, nonilo, decilo, dodecilo, tetradecilo, hexadecilo, etc.). El grupo alquilo puede estar sin sustituir o sustituido con uno o más sustituyentes que incluyen, pero no se limitan a, alquilo, alcoxi, alqueno, alquilo halogenado, alquino, arilo, heteroarilo, aldehído, cetona, amino, hidroxilo, ácido carboxílico, éter, éster, tiol, sulfo-oxo, sililo, sulfóxido, sulfonilo, sulfona, haluro, o nitro, como se describen a continuación. El término "alquilo", en general, se usa para referirse a tanto grupos alquilo sin sustituir como grupos alquilo sustituidos; los grupos alquilo sustituidos usados en el presente documento se describen con referencia al sustituyente o sustituyentes específicos. Por ejemplo, "alquilamino" describe un grupo alquilo que está sustituido con uno o más grupos amino, como se describe a continuación. El término "alquilo halogenado" describe un grupo alquilo que está sustituido con uno o más haluros (por ejemplo, flúor, cloro, bromo, o yodo). Cuando "alquilo" se usa en un caso y un término específico tal como "alcohol alquílico" se usa en otro, no pretende sugerir que el término "alquilo" tampoco se refiera a términos específicos tales como "alcohol alquílico" y similares. Cuando se usa un término general tal como "alquilo" y un término específico tal como "alcohol alquílico", no implica que el término general tampoco incluya el término específico. Esta práctica también se usa para otros términos descritos en el presente documento.

El término "alcoxi" indica un grupo alquilo unido mediante un único enlace éter terminal. El "alqueno" es un grupo de hidrocarburo sustituido o sin sustituir que comprende 2 a 50 átomos de carbono que contiene al menos un doble enlace carbono-carbono. El término "alqueno" incluye cualquier isómero en el que pueda existir el compuesto. El grupo alqueno se puede sustituir con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo, alcoxi, alqueno, alquilo halogenado, alquino, arilo, heteroarilo, aldehído, cetona, amino, hidroxilo, ácido carboxílico, éter, éster, tiol, sulfo-oxo, sililo, sulfóxido, sulfonilo, sulfona, haluro, o nitro, como se describen a continuación.

El término "alquilo halogenado", como se usa en el presente documento, es un grupo alquilo que está sustituido con al menos un halógeno (por ejemplo, fluoruro, cloruro, bromuro, yoduro). El alquilo halogenado también puede estar sin sustituir, o sustituido con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo, alcoxi, alqueno, alquilo halogenado, alquino, arilo, heteroarilo, aldehído, cetona, amino, hidroxilo, ácido carboxílico, éter, éster, tiol, sulfo-oxo, sililo, sulfóxido, sulfonilo, sulfona, haluro, o nitro, como se describen a continuación.

El término "alquino" indica un grupo de hidrocarburo sustituido o sin sustituir que comprende de 2 a 50 átomos de carbono que contiene al menos un triple enlace carbono-carbono. El grupo alqueno se puede sustituir con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo, alcoxi, alqueno, alquilo halogenado, alquino, arilo, heteroarilo, aldehído, cetona, amino, hidroxilo, ácido carboxílico, éter, éster, tiol, sulfo-oxo, sililo, sulfóxido, sulfonilo, sulfona, haluro, o nitro, como se describen a continuación.

El término "arilo" es un grupo de hidrocarburo que comprende uno o más anillos aromáticos que incluyen, pero no se limitan a, fenilo, naftilo, bifenilo, y similares. El término incluye "heteroarilo" que es un grupo aromático que contiene al menos un heteroátomo dentro del anillo aromático. Un heteroátomo puede ser, pero no se limita a, oxígeno, nitrógeno, azufre y fósforo. El grupo arilo puede estar sin sustituir, o sustituido con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo, alcoxi, alqueno, alquilo halogenado, alquinilo, arilo, heteroarilo, aldehído, cetona, amino, hidroxilo, ácido carboxílico, éter, éster, tiol, sulfo-oxo, sililo, sulfóxido, sulfonilo, sulfona, haluro, o nitro.

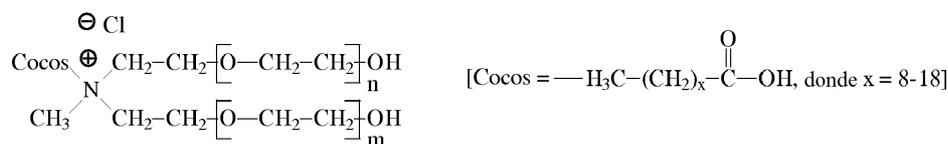
El término "aldehído" se refiere a un grupo $-(CO)H$ (donde (CO) representa $C=O$). El término "cetona" se refiere a un grupo $R_x(CO)R_y$, donde R_x y R_y pueden cada uno ser independientemente un alquilo, alcoxi, alqueno, alquinilo, o arilo, unido al grupo (CO) mediante enlaces carbono-carbono. El término "amina" o "amino" se refiere a un grupo $NR_aR_bR_c$, donde R_a , R_b y R_c pueden ser cada uno independientemente hidrógeno, un alquilo, alcoxi, alqueno, alquinilo, o arilo. El término "hidroxilo" se refiere a un grupo $-OH$. El término "ácido carboxílico" se refiere a un grupo $-(CO)OH$.

Los ejemplos de cationes orgánicos cuaternarios incluyen trihexiltetradecilfosfonio, tetrabutilfosfonio, tetradecil(tributil)fosfonio, 1-butil-3-metilimidazolio, tributilmetilamonio, tetrapentilamonio, dimetildicocoamonio cuaternario, estearamidopropildimetil-2-hidroxietilamonio, etiltetradecilundecilamonio, seboalquiltrimetilamonio, tetrahexilamonio, butilmetilpirrolidinio, N,N,N-trimetil-1-dodecanaminio, bencildimetilcocoalquilamonio, N,N-dimetil-N-dodeciliglicinbetaína, 1-octil-2,3-dimetilimidazolio, tetrabutilamonio, tributil-8-hidroxiocetilfosfonio, sulfonio y guanidinio. Los cationes preferidos son fosfonio, amonio, pirrolidinio e imidazolio.

El catión orgánico cuaternario de la sal orgánica catiónica normalmente está asociado con un contraión o anión aniónico. Los ejemplos de aniones adecuados incluyen aniones inorgánicos y aniones orgánicos. El anión puede ser un anión caotrópico o un anión cosmotrópico. Los ejemplos de aniones adecuados incluyen haluro (por ejemplo, fluoruro, cloruro, bromuro, yoduro), hidroxilo, alquilsulfato (por ejemplo, metilsulfato, etilsulfato, octilsulfato), dialquilsulfato, sulfato, nitrato, fosfato, sulfito, fosfato, nitrito, hipoclorito, clorito, perclorato, bicarbonato, carboxilato (por ejemplo, formiato, acetato, propionato, butirato, hexanoato, fumarato, maleato, lactato, oxalato, piruvato), bis(trifluorometilsulfonyl)imida $[(NTF_2)^-]$, tetrafluoroborato y hexafluorofosfato.

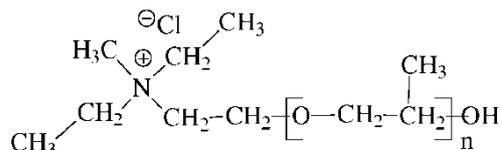
La sal orgánica puede comprender cualquier emparejamiento de los cationes y aniones orgánicos cuaternarios descritos en el presente documento o, en general, conocidos en la técnica. Los ejemplos de sales orgánicas adecuadas incluyen AMMOENG 101®, AMMOENG 110®, cloruro de trihexiltetradecilfosfonio (Cyphos IL 101®, Cytec Industries, Inc. W. Paterson, NJ), cloruro de tetrabutilfosfonio (Cyphos IL 164®, Cytec Industries, Inc. W. Paterson, NJ), cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®), cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio $[(C_4mim)Cl]$, hidróxido de tetrabutilamonio $[(C_4)_4N][OH]$, cloruro de tetrabutilamonio $[(C_4)_4N]Cl$, hidróxido de tributilmetilamonio $[(C_4)_3(C_1)N][OH]$, hidróxido de tetrapentilamonio $[(C_5)_4N][OH]$, Adogen 462® (cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario), Cystat SN® (nitrato de estearamidopropildimetil-2-hidroxietilamonio), cloruro de etiltetradecilundecilamonio, Arquad T-50® (cloruro de seboalquiltrimetilamonio), bromuro de tetrahexilamonio, bis(trifluorometilsulfonyl)imida de butilmetilpirrolidinio, Arquad 12-50H® (cloruro de N,N,N-trimetil-1-dodecanaminio), Arquad DMCB-80® (cloruro de bencildimetilcocoalquilamonio), detergente EMPIGEN BB® (N,N-dimetil-N-dodeciliglicinbetaína), cloruro de 1-octil-2,3-dimetilimidazolio, 10 % en peso de hidróxido de tetrabutilamonio disuelto en PEG 900, Aliquat® HTA-1, cloruro de tributil-8-hidroxiocetilfosfonio e hidróxido de tetrabutilfosfonio.

AMMOENG 101® se representa por la siguiente fórmula:



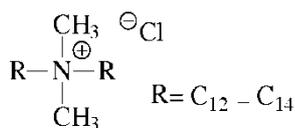
AMMOENG 101 $[n + m = 14-25]$

AMMOENG 110® se representa por la siguiente fórmula:



AMMOENG 110 $[n = 5-15]$

ADOGEN 462® se representa por la siguiente fórmula:



En una realización, el extrayente de fase líquida comprende una cantidad de extracción de oxalato de una sal orgánica. Dichas cantidades extrayentes de oxalato se pueden determinar por experimentación rutinaria informada por la orientación proporcionada en el presente documento. El extrayente de fase líquida puede comprender diversas cantidades de la sal orgánica (por ejemplo, aproximadamente 2 % o mayor, aproximadamente 3 % o mayor, desde aproximadamente 3 % a aproximadamente 100 %, aproximadamente 5 % o mayor), en peso basado en el peso total de la fase líquida. La fase líquida puede ser una fase de líquido acuoso. Por ejemplo, en una realización, la fase líquida comprende desde aproximadamente 1 % hasta aproximadamente 97 % agua, en peso basado en el peso total de la fase líquida acuosa. La fase líquida también puede contener diluyentes tales como alcoholes (por ejemplo, isopropanol), polioles y/o poli(óxido de etileno). Dichos diluyentes pueden facilitar la separación de fases y/o inhibir la cristalización de gibbsita. Se pueden incluir diversas cantidades de diluyentes en la fase líquida (por ejemplo, desde aproximadamente cero hasta aproximadamente 90 %, aproximadamente 0 hasta aproximadamente 70 %), en peso basado en el peso total de la fase líquida. La fase líquida también puede comprender además un disolvente. Los disolventes útiles en la fase líquida incluyen, pero no se limitan a, hidrocarburos aromáticos, algunos ejemplos de los cuales incluyen tolueno, benceno y derivados de los mismos y aceite de hidrocarburo aromático ligero (SX-12); alcoholes alifáticos, algunos ejemplos de los cuales incluyen 1-hexanol, 1-heptanol, 1-octanol y sus derivados respectivos; alcoholes aromáticos, ejemplos de los cuales incluyen fenol y derivados; e hidrocarburos halogenados, ejemplos de los cuales incluyen cloruro de metileno y cloroformo. Se pueden incluir diversas cantidades de disolventes en la fase líquida (por ejemplo, desde aproximadamente cero hasta aproximadamente 90 %, aproximadamente 0 hasta aproximadamente 70 %), en peso basado en el peso total de la fase líquida.

En algunas realizaciones, la sal catiónica se puede someter a tratamiento de pre-extracción. Se puede utilizar una variedad de métodos para lograr este tratamiento dando como resultado al menos una porción del catión orgánico cuaternario que tiene hidróxido como contraión. Por ejemplo, se puede realizar el Método 1 de pre-extracción mezclando vigorosamente 26 % en peso de NaOH con la sal orgánica en una relación en el intervalo de aproximadamente 1 parte de sal orgánica a 4 o 5 partes de disolución de NaOH, en peso. Se deja entonces que se separe en fases la mezcla resultante durante 20 minutos. La fase superior que contiene la sal orgánica acuosa se separa entonces y otra vez se pone en contacto con NaOH fresco al 26 % en peso en una relación ponderal 1:4. Este proceso se repite 4-5 veces. Este procedimiento intercambia la mayor parte del contraión por OH⁻ y pre-equilibra el potencial del agua para minimizar cualquier transferencia de agua entre la fase líquida de extrayente (que contiene la sal orgánica) y el líquido del proceso Bayer. El Método 2 de pre-extracción se realiza de un modo similar al Método 1, excepto que la relación entre sal orgánica y disolución de NaOH es aproximadamente 1:2, en peso. El Método 3 de pre-extracción es similar al Método 2, excepto que la sal orgánica se disuelve en polietilenglicol antes de mezclar con la disolución de NaOH y el proceso se repite 2 veces en lugar de 4-5. El Método 4 de pre-extracción es similar al Método 2, excepto que la sal orgánica se disuelve en un disolvente antes de la mezcla con la disolución de NaOH y el proceso se repite 2 veces en lugar de 4-5.

En el Método 5 de pre-extracción, se puede usar el catión orgánico cuaternario para separar las impurezas del proceso Bayer directamente como se recibieron sin ponerlo en contacto con NaOH. Durante este proceso, puede haber cierto transporte de agua entre las dos fases que puede ser después justificado. Por tanto, cierto intercambio iónico tiene normalmente lugar entre las especies aniónicas en la corriente de proceso Bayer y el contraión de catión orgánico cuaternario, cuya tasa y grado dependerá del tipo de anión en competición por el intercambio.

La cantidad de extrayente de fase líquida entremezclada con la corriente de proceso Bayer normalmente es una cantidad que es eficaz para formar una mezcla líquido/líquido bifásica. La mezcla líquido/líquido bifásica contiene una fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente de sal orgánica. Aunque el extrayente de fase líquida es al menos parcialmente inmiscible con la corriente de proceso Bayer, el grado de miscibilidad puede variar, y así las cantidades relativas de extrayente de fase líquida y corriente de proceso Bayer que se entremezclan pueden variar durante un intervalo relativamente grande. Los factores que tienden a influir en la miscibilidad incluyen temperatura, contenido de hidróxido de la corriente de proceso Bayer, contenido de sales orgánicas del extrayente de fase líquida, y diversas características de la propia sal orgánica, tal como peso molecular y estructura química. Las relaciones comercialmente útiles entre corriente de proceso Bayer y extrayente de fase líquida que son eficaces para formar mezclas líquido/líquido bifásicas normalmente están en el intervalo de aproximadamente 1000:1 a aproximadamente 1:10, en peso. La experimentación rutinaria informada por la orientación proporcionada en el presente documento se puede usar para identificar cantidades relativas de extrayente de fase líquida y corriente de proceso Bayer que son eficaces para formar mezclas líquido/líquido bifásicas.

La corriente de proceso Bayer y el extrayente de fase líquida se pueden entremezclar de diversas formas, por ejemplo, por métodos discontinuos, semicontinuos o continuos. La entremezcla se puede llevar a cabo alimentando la corriente de proceso Bayer y la fase líquida en cualquier equipo adecuado que se pueda usar para la mezcla y separación de fases o sedimentación. Los ejemplos de equipos de mezcla y separación de fases o de sedimentación que pueden ser adecuados en situaciones particulares pueden incluir, pero no se limitan a, unidades

mezcladoras/sedimentadoras continuas, mezcladoras estáticas, mezcladoras en línea, columnas, centrifugadoras e hidrociclones. Para ejemplos de equipo de mezcla y separación de fases o sedimentación, véase la patente de EE.UU. N° 5.849.172, que proporciona una descripción de dicho equipo y métodos de su uso. La experimentación rutinaria informada por la orientación proporcionada en el presente documento se puede usar para identificar y seleccionar equipo y condiciones de operación adecuadas para situaciones particulares.

La mezcla líquido/líquido bifásica, formada entremezclando el extrayente de fase líquida con la corriente de proceso Bayer, comprende una fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente de sal orgánica. Aunque la corriente de proceso Bayer y el extrayente de fase líquida pueden ser mutuamente solubles de algún modo (y así cada uno puede contener pequeñas cantidades de los otros después de la entremezcla), las dos fases son al menos parcialmente inmiscibles entre sí y así la fase principalmente de proceso Bayer resultante normalmente se parecerá al vapor de agua del proceso Bayer principal, aunque, en general, contendrá menores cantidades de impurezas (tales como oxalato) y/o agua, como se describe en el presente documento. Asimismo, la fase principalmente de sal orgánica normalmente se parecerá al extrayente de fase líquida principal, aunque, en general, contendrá cantidades más altas de impurezas (tales como oxalato) y/o agua, como se describe en el presente documento. Por tanto, la identificación de la fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente de sal orgánica, en general, será rápidamente evidente para los expertos en la técnica.

Normalmente se deja que la mezcla bifásica se separe en fases para formar la fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente de sal orgánica. La separación de la fase principalmente de proceso Bayer a partir de la fase principalmente de sal orgánica, para formar una fase principalmente de proceso Bayer separada y una fase principalmente de sal orgánica separada, se puede realizar de diversas formas. Por ejemplo, el aparato de mezcla se puede configurar para permitir que se lleve fácilmente a cabo la separación. Por ejemplo, la mezcla bifásica se puede formar en un tanque de mezcla que tiene válvulas de derivación en la parte superior y en la parte inferior. Después de detener la mezcla, la fase principalmente de proceso Bayer se separa de la fase principalmente de sal orgánica y cada una de las capas se drena del tanque de mezcla por las válvulas de derivación superior e inferior respectivas. No es necesario parar completamente para mezclar, ya que cada una de las fases puede tender a formarse en áreas respectivas del tanque, incluso durante la mezcla. Para un ejemplo de equipo de mezcla y separación de fases o de sedimentación, véase la patente de EE.UU. N° 5.849.172, que proporciona una descripción de dicho equipo y métodos de su uso. La alimentación de la corriente de proceso Bayer y la fase líquida se pueden llevar a cabo por sistemas de fluido que incluyen cañerías y tuberías de diversos diámetros. Se puede usar una variedad de bombas para mover la corriente de proceso Bayer y la fase líquida. Las bombas pueden incluir, pero no se limitan a, bombas de desplazamiento positivo, bombas centrífugas y bombas cinéticas. Se pueden usar bombas y válvulas para regular las relaciones de alimentación relativas de la corriente de proceso Bayer y la fase líquida controlando así la entremezcla y la retirada de impurezas.

En una realización, como resultado de los métodos de extracción descritos en el presente documento, la fase principalmente de proceso Bayer separada tiene un nivel reducido de al menos una impureza presente en la corriente de proceso Bayer principal. En una realización, la fase principalmente de proceso Bayer separada tiene un nivel más bajo de al menos una impureza seleccionada de oxalato, oxalato, formiato, acetato, carbono orgánico, y cloruro, en comparación con la corriente de proceso Bayer principal. En otra realización, la fase principalmente de proceso Bayer separada tiene un nivel más bajo de agua, en comparación con la corriente de proceso Bayer principal.

En una realización, se pueden potenciar la velocidad de separación de la fase principalmente de proceso Bayer de la fase principalmente de sal orgánica. Por ejemplo, la velocidad de separación se puede potenciar calentando. El calentamiento se puede llevar a cabo de diversas formas. Por ejemplo, la mezcla bifásica se puede calentar en el propio tanque de mezcla, y transferirse a otro tanque para calentar (y opcionalmente para la separación). Los métodos de calentamiento incluyen intercambiadores de calor, que se pueden usar para capturar ventajosamente el exceso de calor de otras fuentes. Los ejemplos de intercambiadores de calor incluyen intercambiadores de calor de carcasa y tubos, intercambiadores de calor de placas, intercambiadores de calor regenerativos, intercambiadores de calor de rueda adiabática, intercambiadores de calor de fluidos e intercambiadores de calor dinámico de superficie rascada.

El uso del intercambiador de calor puede permitir mantener la temperatura de la mezcla bifásica a una temperatura particular o elevada hasta una temperatura deseada, por ejemplo, calentando de manera que se eleve la temperatura en aproximadamente 1 °C a aproximadamente 50 °C. Se puede controlar la velocidad de separación regulando la temperatura de la mezcla bifásica a medida que experimenta la separación. Esto permite la optimización del proceso Bayer y el aumento en la eficacia de la retirada de impurezas.

En otra realización, la fase principalmente de proceso Bayer separada se puede entremezclar con una segunda corriente de proceso Bayer. Esto se puede hacer por diversos motivos, por ejemplo, para maximizar la eficiencia del proceso Bayer, que, en general, es continua. Así, los métodos descritos en el presente documento se pueden aplicar a purificar una porción seleccionada de una corriente de proceso Bayer principal, entonces la corriente de proceso Bayer purificada resultante se puede reintroducir de nuevo en la corriente de proceso Bayer principal, reduciendo así el nivel de impurezas en la corriente de proceso Bayer principal por dilución.

En otra realización, la fase principalmente de proceso Bayer separada se puede enfriar hasta precipitar al menos una porción de hidróxido de aluminio disuelto en ella. El enfriamiento de la fase principalmente de proceso Bayer separada se puede llevar a cabo en una variedad de formas. Por ejemplo, los intercambiadores de calor mencionados anteriormente en el contexto de calentar la mezcla bifásica también se pueden usar para retirar calor de la fase principalmente de proceso Bayer separada y/o la corriente de proceso Bayer en la que se introduce, enfriando así el líquido. Los intercambiadores de calor se pueden disponer en cualquier localización en la planta donde se desee enfriar el líquido del proceso Bayer.

Una realización proporciona una fase de sal orgánica, que comprende un catión orgánico cuaternario y al menos una impureza orgánica seleccionada de oxalato, formiato, acetato y carbono orgánico. La cantidad de impureza orgánica puede variar a lo largo de un gran intervalo, por ejemplo, la cantidad de impureza orgánica está en el intervalo de aproximadamente 0,0001 % a aproximadamente 5 %, en peso basado en el peso total de la fase de sal orgánica. La cantidad de catión orgánico cuaternario puede ser similar a la descrita en cualquier parte en el presente documento para su uso en los métodos descritos en el presente documento. Aún cuando la fase de sal orgánica contenga una o más impurezas, es todavía útil como extrayente de fase líquida en situaciones en las que contiene un menor nivel de impurezas que la corriente de proceso Bayer.

Por ejemplo, en una realización, la fase de sal orgánica puede ser una fase de sal orgánica separada que contiene una impureza orgánica, una impureza inorgánica y/o agua adicional, como resultado de la extracción de la corriente de proceso Bayer como se describe en el presente documento. Por ejemplo, en una realización, la fase de sal orgánica separada contiene oxalato y al menos una impureza orgánica seleccionada de formiato, acetato y carbono orgánico. La fase de sal orgánica separada puede contener diversas cantidades de impurezas, dependiendo del grado de extracción y el nivel de impurezas en la fase del proceso Bayer. En algunos casos, el nivel de impurezas en la fase de sal orgánica separada es relativamente bajo, tal que la fase de sal orgánica separada se pueda usar como una extracción de fase líquida en el modo descrito en el presente documento. No es necesario que dicha fase de sal orgánica se obtenga de una fase de sal orgánica separada, pero en muchos casos dicho uso será eficiente y rentable.

Las cantidades de impurezas aniónicas se pueden determinar usando métodos de cromatografía iónica de intercambio aniónico con detección de la conductividad. Se pueden usar dos métodos alternativos, el método isocrático y el método de gradiente, del siguiente modo:

El método isocrático para cuantificación de oxalato: Se diluyen muestras 125 veces con DI agua y luego se filtran con filtro de jeringa de PVDF Acrodisc 0,2 µm x 13 mm de PALL en viales de PP de Agilent con tapas a presión para separación cromatográfica. Se separa el oxalato en las muestras de su matriz como un único pico cromatográfico usando una columna Dionex Ionpac AS4A-SC (250 x 4,0 mm, pieza N° 043174), una precolumna (Dionex IonPac AG4A-SC Pieza N° 043175), fase móvil de NaCO₃ 3,5 mM y NaHCO₃ 1,7 mM, un supresor auto-regenerador aniónico de 4 mm Dionex ASRS-ULTRAIL, y detección de la conductividad. Las condiciones instrumentales detalladas son del siguiente modo.

Sistema:	Sistema de bombeo en gradiente Dionex ICS-3000 (sistema 1)
Columna:	Columna Dionex Ionpac AS4A-SC, 250 x 4,0 mm, pieza N° 043174
Precolumna:	Dionex IonPac AG4A-SC Pieza N° 043175.
Fase móvil:	NaCO ₃ 3,5 mM y NaHCO ₃ 1,7 mM
Caudal:	1,5 mL/min
Tiempo de ejecución:	20 min
Volumen de inyección:	25 µL
Temperatura de la columna:	35 °C en DX-500; 30 °C en ICS-3000 sistema 1.
Corriente de ASRS:	50 mA con modo de recirculación
Detector de conductividad:	35 °C con compensación de temp 1,7 % °C
Velocidad de recogida de datos:	5,0 Hz
Software:	Software Dionex Chromeleon versión 6.70

Se obtienen resultados cuantitativos comparando los tamaños de pico de oxalato de la muestra y la disolución estándar de oxalato. Se disuelve el material estándar de oxalato de Acros Organic en agua DI y se diluye hasta varios niveles de concentración. Se representan las respuestas de detección de las disoluciones estándar analizadas en paralelo a las muestras frente a sus concentraciones. Se establece un intervalo de linealidad de concentración de este gráfico como intervalo de trabajo. La cuantificación de muestras se basa en la pendiente de la línea lineal. La

precisión del método y la exactitud es 1,7 % de RSD. La exactitud del método es 102 %. El límite de detección es 0,2 ppm de oxalato de sodio.

5 Método de gradiente para los análisis de aniones acetato, formiato, cloruro, sulfato, fosfato y oxalato/succinato: Se diluyen muestras 125 veces con agua DI y luego se filtran con filtro de jeringa de PVDF Acrodisc 0,2 µm x 13 mm de PALL en viales de PP Agilent con tapas a presión para la separación cromatográfica. Se separan los aniones especificados y se detectan usando el sistema de cromatografía iónica sin reactivo Dionex ICS-3000 (RFIC) con una columna Dionex IonPac AS19, eluyente en gradiente de hidróxido potásico, un supresor auto-regenerado de aniones de 4 mm Dinoex ASRS-ULTRAI, y detector de la conductividad. Para determinar cuantitativamente los contenidos aniónicos en las muestras, se usan patrones externos con concentraciones variables para establecer la correlación entre la concentración y la respuesta del detector. Se obtiene material estándar de oxalato de Acros Organic y los otros se compran de Inorganic Ventures. La relación de correlación para los aniones orgánicos se vuelve no lineal (curva ascendente) cuando la concentración es superior a 50 ppm (mg/L) y la de acetato tiene el intervalo lineal más estrecho. Por tanto, se calibran las concentraciones de los patrones externos orgánicos usados para la cuantificación con respecto a las concentraciones de aniones en las muestras para explicar el efecto no lineal, especialmente para obtener datos precisos en el balance de masas entre el líquido de Bayer y el extrayente que se retira.

Las condiciones detalladas del instrumento son del siguiente modo.

DIONEX ICS-3000 sistema 2 con generador de eluyente de KOH

Columna: DIONEX IonPac AS19, 250 X 4,0 mm

Precolumna: DIONEX IonPac AG19

20 Temperatura de la columna: 30 °C

Supresor iónico: DIONEX ASRS-ULTRA II, 4 mm; re-ciclos; 114 mA.

Detección: Detector de conductividad con compensación de temperatura 1,7 % °C

Velocidad de recogida: 5,0 Hz

Inyección: 25 µL

25 Caudal: 1,0 mL/min

Tiempo de ejecución: 30 minutos que incluyen tiempos posteriores.

Fase móvil: gradiente de KOH

Gradiente:	Tiempo (min)	KOH mM
	0	10
	3	10
	25	50
	25,1	10
	30	10

Software: Dionex Chromeleon software versión 6.70

30 La precisión del instrumento es 0,7 % de la desviación estándar relativa (RSD) o mejor para todos los analitos. La precisión del método es 0,7 % de RSD o mejor para todos los analitos con la excepción de fosfato. Para fosfato, en 6 determinaciones individuales, se encuentra que su concentración es inferior a 1 ppm y la precisión del método es 5,8 % de RSD. Finalmente, el límite de detección es 0,2 ppm (mg/L) o mejor para todos los aniones.

35 Para ambos de los métodos, se limpian las columnas después de los análisis de 20 a 40 muestras para librarse de las contaminaciones de especies polianiónicas acumuladas y metales de las matrices de muestra. Este procedimiento de limpieza se establece en una unidad IC con etapas de limpieza programadas de hidróxido sódico 0,5 M, agua y ácido clorhídrico 2 N.

Ejemplo 1 - Extracción de impurezas a temperatura ambiente

40 Se pesan en un recipiente relaciones másicas iguales de la fase rica en orgánicos cuaternarios, pretratados como se indica en la Tabla 1, y el líquido del proceso Bayer (~5 g cada uno) y se mezclan con vórtex durante 60 segundos. Se deja que la muestra se separe en fases durante 1 hora y luego se separa de la fase de líquido Bayer. Se analiza

la fase rica en orgánicos cuaternarios por espectrómetro de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) y se analiza la fase rica en líquido de Bayer por análisis de cromatografía iónica (IC) y análisis de carbono orgánico total (TOC). Las muestras de tanto las fases superiores como inferiores también se someten a valoraciones de Karl Fisher para determinar la distribución de agua en cada fase. Usando los resultados de valoración de Karl Fisher, se puede corregir el transporte de agua en los resultados de ICP, IC y TOC.

Ejemplo 2 - Experimento de separación a 60 °C

Se pesa un compuesto orgánico cuaternario pretratado como se describe en la Tabla 1 (~5 g) en un tubo de centrifugadora y luego se etiqueta y se cierra. Una vez completas, las muestras se ponen en una estufa a 60 °C durante 1 hora. Similarmente, se pesa una masa igual del líquido de Bayer en un tubo de centrifugadora separado y luego se etiqueta y se cierra. Una vez completas, se ponen las muestras de líquido de Bayer en una estufa a 60 °C durante 1 hora. Entonces se saca la muestra del líquido de Bayer y se vierte en un tubo de muestras de compuesto orgánico cuaternario y se mezcla con vórtex durante 60 segundos. Entonces se dispusieron las muestras combinadas en la estufa durante 40 minutos. Entonces se sacaron las muestras de una en una y se analizaron del mismo modo que la muestra a temperatura ambiente (Ejemplo 1).

Ejemplo 3 - Uso de AMMOENG 101® para retirar impurezas del proceso Bayer

Se somete AMMOENG 101® a tratamiento de pre-extracción hasta intercambiar al menos parcialmente el contra-ión del catión orgánico cuaternario con hidróxido. El tratamiento de pre-extracción usado para cada catión orgánico cuaternario se muestra en la Tabla 1, más adelante. Se entremezcla por vórtex la fase líquida que contiene AMMOENG 101® mezclando con una corriente de proceso Bayer que tiene la composición mostrada en la Tabla 2, a continuación. Esta entremezcla es eficaz para formar una mezcla líquido/líquido bifásica. La mezcla bifásica comprende una fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente AMMOENG 101®. La fase principalmente de proceso Bayer se separa entonces de la fase principalmente AMMOENG 101® permitiendo la separación de fases durante 1 hora y luego separando mecánicamente las fases. La entremezcla es eficaz para retirar el oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, a continuación. Además, la entremezcla retira las impurezas orgánicas e inorgánicas, que incluyen, carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se presentan en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 4 - Uso de AMMOENG 110® para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando AMMOENG 110®. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 a continuación.

Ejemplo 5 - Uso de cloruro de trihexiltetradecilfosfonio (Cyphos IL 101®) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de trihexiltetradecilfosfonio (Cyphos IL 101®). La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 6 - Uso de cloruro de tetrabutilfosfonio (Cyphos IL 164®) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de tetrabutilfosfonio (Cyphos IL 164®). La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 7 - Uso de cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®). La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se presenta en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 8 - Uso de cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio ([C₄mim]Cl) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio ([C₄mim]Cl). La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 9 - Uso de hidróxido de tetrabutilamonio ((C₄)₄N[OH]) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando hidróxido de tetrabutilamonio ((C₄)₄N[OH]), 40 % en peso de disol. en agua. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 10 - Uso de 10 % en peso de hidróxido de tetrabutilamonio disuelto en PEG 900 para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando 10 % en peso de hidróxido de tetrabutilamonio disuelto en PEG 900. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 11 - Uso de cloruro de tetrabutilamonio ((C₄)₄NCl) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de tetrabutilamonio ((C₄)₄NCl). La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 12 - Uso de hidróxido de tributimetilamonio ((C₄)₃(C₁)N[OH]) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando hidróxido de tributimetilamonio ((C₄)₃(C₁)N[OH]), 20 % en peso de disol. en agua. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 13 - Uso de hidróxido de tetrapentilamonio ((C₅)₄N[OH]) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando hidróxido de tetrapentilamonio ((C₅)₄N[OH]), disolución al 20 % en agua. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 14 - Uso de cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario (Adogen 462®) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando Adogen 462® (cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario), 75 % en isopropanol acuoso (cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario). La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 15 - Uso de nitrato de estearamidopropildimetil-2-hidroxiethylamonio (Cyastat SN®) para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando nitrato de estearamidopropildimetil-2-hidroxiethylamonio (Cyastat SN®), disolución al 50 % en una mezcla 50:50 de isopropanol-agua. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 16 - Uso de cloruro de etiltetradecilundecilamonio para retirar impurezas del proceso Bayer

5 Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de etiltetradecilundecilamonio. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 17 - Uso de cloruro de seboalquiltrimetilamonio (Arquad T-50®) para retirar impurezas del proceso Bayer

10 Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de seboalquiltrimetilamonio (Arquad T-50®), 45-55 % en isopropanol acuoso. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 18 - Uso de bromuro de tetrahexilamonio para retirar impurezas del proceso Bayer

15 Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando bromuro de tetrahexilamonio. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 19 - Uso de bis(trifluorometilsulfonyl)imida de butilmetilpirrolidinio para retirar impurezas del proceso Bayer

20 Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando bis(trifluorometilsulfonyl)imida de butilmetilpirrolidinio. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 20 - Uso de N,N-dimetil-N-dodecilglicinbetaína (detergente EMPIGEN BB®) para retirar impurezas del proceso Bayer

30 Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando N,N-dimetil-N-dodecilglicinbetaína (detergente EMPIGEN BB®). La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 21 - Uso de cloruro de 1-octil-2,3-dimetilimidazolio para retirar impurezas del proceso Bayer

35 Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de 1-octil-2,3-dimetilimidazolio. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 22 - Uso de Aliquat® HTA-1 para retirar impurezas del proceso Bayer

40 Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando Aliquat® HTA-1. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 23 - Uso de cloruro de tributil-8-hidroxiocetilfosfonio para retirar impurezas del proceso Bayer

45 Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de tributil-8-hidroxiocetilfosfonio. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 24 - Uso de hidróxido de tetrabutilfosfonio para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando hidróxido de tetrabutilfosfonio, disolución al 40 % en peso en agua. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 25 - Uso de cloruro de dodeciltrimetilamonio para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de dodeciltrimetilamonio. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 26 - Uso de cloruro de bencildimetilcocoamonio para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando cloruro de bencildimetilcocoamonio. La entremezcla es eficaz para retirar oxalato de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de oxalato retirada se muestra en la Tabla 3, más adelante. Además, la entremezcla retira otras impurezas orgánicas e inorgánicas que incluyen carbono orgánico, acetato, formiato, cloruro y agua. Las cantidades de estas impurezas retiradas se muestran en las Tablas 3 y 4 más adelante.

Ejemplo 27 - Retirada de agua del líquido de Bayer

En el método de retirada de agua, se usan sin dilución los cationes orgánicos cuaternarios que son líquidos a temperatura ambiente. Los cationes orgánicos cuaternarios que son sólidos a temperatura ambiente se usan como disoluciones acuosas al 70 % en peso. Se pesan aproximadamente 5 g del catión orgánico cuaternario en un tubo de centrifugadora y luego se etiqueta y cierra. Una vez completas, las muestras se colocan en una estufa a 60 °C durante 1 hora. Similarmente, se pesa una masa igual del líquido de Bayer en un tubo de centrifugadora separado y entonces se etiqueta y cierra. Una vez completas, se disponen las muestras del líquido de Bayer en una estufa a 60 °C durante 1 hora. Entonces se retira la muestra del líquido de Bayer y se vierten en un tubo de muestras de compuesto orgánico cuaternario y se mezcla con vórtex durante 60 segundos. Entonces se disponen las muestras combinadas en la estufa durante 60 minutos. Entonces se sacan las muestras de una en una, se separan las fases (se pesan las dos fases) y se analizan por valoraciones de Karl Fisher. La Tabla 4 muestra ejemplos de retirada de agua del líquido de Bayer usando diversas sales orgánicas.

Ejemplo 28 - Variación de la relación entre la cantidad de sal orgánica y la corriente del proceso Bayer

Los datos proporcionados en la Tabla 5 ilustran que se pueden retirar diferentes niveles de impurezas usando relaciones diferentes entre la sal orgánica y la corriente de proceso Bayer. Otras relaciones son eficaces para otras situaciones.

Ejemplo 29 - 50 % en peso de cloruro de octil(tributil)fosfonio (Cyphos 253®), cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®) o cloruro de tetrahexilamonio disueltos en tolueno para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando 50 % en peso de cloruro de octil(tributil)fosfonio (Cyphos 253®), cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®), o cloruro de tetrahexilamonio disuelto en tolueno. La entremezcla es eficaz para retirar impurezas orgánicas de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de impurezas orgánicas retiradas se muestra en la Tabla 3, más adelante.

Ejemplo 30 - 50 % en peso de cloruro de octil(tributil)fosfonio (Cyphos 253®), cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®), o cloruro de tetrahexilamonio disuelto en 1-octanol para retirar impurezas del proceso Bayer

Se utiliza el procedimiento general del Ejemplo 3, empleando 50 % en peso de cloruro de octil(tributil)fosfonio (Cyphos 253®), cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®), o cloruro de tetrahexilamonio disuelto en 1-octanol. La entremezcla es eficaz para retirar impurezas orgánicas de la corriente de proceso Bayer. La cantidad de impurezas orgánicas retiradas se muestra en la Tabla 3, más adelante.

Tabla 1: Cationes orgánicos cuaternarios usados para la retirada de impurezas del líquido de Bayer

Nº	Materiales usados en experimentos de rendimiento	Tratamiento de pre-extracción
1	AMMOENG 101®, Figura 2	Método 1
2	AMMOENG 110®, Figura 2	Método 1
3	Cloruro de trihexiltetradecilfosfonio (Cyphos IL 101®)	Método 1
4	Cloruro de tetrabutilfosfonio (Cyphos IL 164®)	Método 1
5	Cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®)	Método 1
6	Cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio ([C ₄ mim]Cl)	Método 1
7	Hidróxido de tetrabutilamonio ([C ₄] ₄ N][OH]), 40 % en peso de disol. en agua	Método 1 Método 3 Método 5
8	Cloruro de tetrabutilamonio ([C ₄] ₄ N]Cl)	Método 1
9	Hidróxido de tributilmetilamonio ([C ₄] ₃ (C ₁)N][OH]), 20 % en peso de disol. en agua	Método 1
10	Hidróxido de tetrapentilamonio ([C ₅] ₄ N][OH]), disolución al 20 % en agua	Método 1
11	Adogen 462® (cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario), 75 % en isopropanol acuoso (cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario), Figura 2	Método 2
12	Cyastat SN® (nitrato de estearamidopropildimetil-2-hidroxiethylamonio), disolución al 50 % en una mezcla 50:50 de isopropanol-agua	Método 2
13	Cloruro de etiltetradecildiundecilamonio	Método 2
14	Arquad T-50® (cloruro de seboalquiltrimetilamonio), 45-55 % en isopropanol acuoso	Método 2
15	Bromuro de tetrahexilamonio	Método 1
16	Bis(trifluorometilsulfonil)imida de butilmetilpirrolidinio	Método 2
17	Detergente EMPIGEN BB® (N,N-dimetil-N-dodecilglicinbetaína)	Método 1
18	Cloruro de 1-octil-2,3-dimetilimidazolio	Método 1
19	10 % en peso de hidróxido de tetrabutilamonio disuelto en PEG 900	Método 2
20	Aliquat® HTA-1	Método 2
21	Cloruro de tributil-8-hidroxiocetilfosfonio	Método 2
22	Hidróxido de tetrabutilfosfonio, disolución al 40 % en peso en agua	Método 2
23	Arquad 12-50H® (cloruro de dodeciltrimetilamonio), 45-55 % en peso en isopropanol acuoso	Método 1
24	Arquad DMCB-80® (cloruro de bencildimetilcocoamonio), 75-85 % en peso en isopropanol acuoso	Método 1
25	Cloruro de octil(tributil)fosfonio (Cyphos 253®), disolución al 50 % en tolueno	Método 4
26	Cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®), disolución al 50 % en tolueno	Método 4
27	Cloruro de tetrahexilamonio, 50 % disolución en tolueno	Método 4
28	Cloruro de octil(tributil)fosfonio (Cyphos 253®), disolución al 50 % en 1-octanol	Método 4
29	Cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®), disolución al 50 % en 1-octanol	Método 4
30	Cloruro de tetrahexilamonio, disolución al 50 % en 1-octanol	Método 4

Tabla 2: Composición de líquido de Bayer agotado blanco antes de la retirada de impurezas

(Alúmina = 94,78 g/L como Al ₂ O ₃ , cáustico total = 227,62 g/L como Na ₂ CO ₃ , sosa = 269,68 g/L como Na ₂ CO ₃).					
	TOC (g/L)	Oxalato/Succinato (g/L)	Acetato (g/L)	Formiato (g/L)	Cloruro (g/L)
Muestra de líquido en blanco	9,12	2,46	5,77	2,65	7,00

5

Tabla 3: Porcentaje de impurezas orgánicas e inorgánicas retiradas

Muestra	% de retirada de TOC	% de retirada de oxalato/succinato	% de retirada de acetato	% de retirada de formiato	% de retirada de cloruro
AMMOENG 101®	36,9	19,9	46,2	50,9	69,3
AMMOENG 101® a 60 °C	38,7	18,5	46,4	50,2	67,1
AMMOENG 110®	24,8	31,6	51,3	57,5	52,0
AMMOENG 110® a 60 °C	24,2	33,3	47,8	56,9	49,6
Cloruro de trihexiltetradecilfosfonio (Cyphos IL 101®)	31,0	13,8	38,2	43,1	-26,1*
Cloruro de tetrabutilfosfonio (Cyphos IL 164®)	31,6	22,7	75,0	81,0	22,2
Cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®)	6,1	10,9	52,5	58,5	-9,2*
Cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio ([C ₄ mim]Cl)	5,7	10,5	62,8	58,2	74,6
Hidróxido de tetrabutilamonio ((C ₄) ₄ N][OH]), 40 % en peso de disol. en agua	63	48,2	85,6	91,7	96,1
10 % en peso de hidróxido de tetrabutilamonio disuelto en PEG 900	14,5	1,7	14,5	16	31,6
40 % en peso de hidróxido de tetrabutilamonio	46,6	50,6	79,9	84,7	88,3
Hidróxido de tetrabutilamonio (Método 2)	20,0				
Cloruro de tetrabutilamonio ((C ₄) ₄ N]Cl)	29,8	38,8	84,0	88,6	46,4
Hidróxido de tributilmetilamonio ((C ₄) ₃ (C ₁)N][OH]), 20 % en peso de disol. en agua	63,1	54,4	90,0	93,8	98,8
Hidróxido de tributilmetilamonio	16,9				
Hidróxido de tetrapentilamonio ((C ₅) ₄ N][OH]), disolución al 20 % en agua	72,4	67,2	96,8	99,2	101,8
Hidróxido de tetrapentilhidróxido ((C ₅) ₄ N] [OH])	37,1				
Adogen 462® (cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario), 75 % en isopropanol acuoso (cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario)	31,5	18,6	60,7	66,1	20,0
Cyastat SN® (nitrato de estearamidopropildimetil-2-hidroxietilamonio) disolución al 50 % en una mezcla 50:50 de	-7,2*	8,1	37,7	41,6	60,9

ES 2 773 011 T3

Muestra	% de retirada de TOC	% de retirada de oxalato/succinato	% de retirada de acetato	% de retirada de formiato	% de retirada de cloruro
isopropanol-agua					
Cloruro de etiltetradecildiundecilamonio	0,1	7,7	0,4	11,7	13,6
Arquad T-50® (cloruro de seboalquiltrimetilamonio), 45-55 % en isopropanol acuoso	20,0	16,1	59,1	60,5	23,9
Bromuro de tetrahexilamonio	3,4	0,4	3,5	10,8	36,4
Bis(trifluorometilsulfonil)imida de butilmetilpirrolidinio	0,6	2,7	-3,7	2,3	3,7
Detergente 'EMPIGEN BB' (N,N-dimetil-N-dodecilglicinbetaína)	45,4	36,3	66,2	74,4	35,1
Detergente 'EMPIGEN BB' (N,N-dimetil-N-dodecilglicinbetaína) (Método 1)	27,6				
Cloruro de 1-octil-2,3-dimetilimidazolio	45,4	36,3	66,2	74,4	35,1
Cloruro de 1-octil-2,3-dimetilimidazolio (Método 1)	21,8				
Aliquat® HTA-1	46,8	34	71,1	78,8	35,9
Aliquat® HTA-1 (Método 1)	6,4				
Cloruro de tributil(8-hidroxiocetil)fosfonio	38	0,1	48	64,7	31,2
Hidróxido de tetrabutilfosfonio, disolución al 40 % en peso en agua	67,7	53,38	83,93	91,93	96,48
Hidróxido de tetrabutilfosfonio	21,7				
Cloruro de dodeciltrimetilamonio	15,8	28,7	67,7	69,4	75,6
Cloruro de bencildimetilcocoamonio	40,5	24,9	61,6	67,2	50,2
Cloruro de octil(tributil)fosfonio (Cyphos 253®), disolución al 50 % en tolueno	23 %				
Cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®), disolución al 50 % en tolueno	20 %				
Cloruro de tetrahexilamonio, disolución al 50 % en tolueno	21 %				
Cloruro de octil(tributil)fosfonio (Cyphos 253®), disolución al 50 % en 1-octanol	28 %				
Cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio (Cyphos IL 167®), disolución al 50 % en 1-octanol	27 %				
Cloruro de tetrahexilamonio, disolución al 50 % en 1-octanol	27 %				

Tabla 4: Porcentaje de agua retirada

Muestra	Agua retirada, % en peso
AMMOENG 110®	23,02
AMMOENG 101®	34,49
Cyphos IL 108®	23,06
Cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio 70 %	34,05
Cloruro de tetrabutilamonio 70 %	4,40
Cloruro de 1-octil-2,3-dimetilimidazolio 70 %	20,90
Cloruro de 1-butil-1-metilpirolidonio 70 %	34,74

5

Tabla 5: Porcentaje de impurezas orgánicas e inorgánicas retiradas para diversas relaciones peso/peso de sal orgánica:líquido de Bayer

Muestra: hidróxido de tetrabutilfosfonio	% de retirada de TOC	% de retirada de oxalato/succinato	% de retirada de acetato	% de retirada de formiato	% de retirada de cloruro
(((C ₄) ₄ P)[OH]:líquido) (0,1:1)	14,8	-1,0	11,9	15,6	35,9
(((C ₄) ₄ P)[OH]:líquido) (0,25:1)	27,1	3,0	36,0	46,2	72,0
(((C ₄) ₄ P)[OH]:líquido) (0,33:1)	43,3	13,1	47,6	57,6	80,4
(((C ₄) ₄ P)[OH]:líquido) (0,5:1)	55,6	31,2	64,9	74,6	89,6
(((C ₄) ₄ P)[OH]:líquido) (1:1)	69,6	52,1	82,9	89,8	96,2
(((C ₄) ₄ P)[OH]:líquido) (2:1)	77,3	69,3	91,8	95,0	98,3
(((C ₄) ₄ P)[OH]:líquido) (3:1)	77,3	75,9	94,8	96,7	98,8
(((C ₄) ₄ P)[OH]:líquido) (4:1)	62,3	79,8	95,7	97,2	95,1

REIVINDICACIONES

1. Un método de purificación de una corriente de proceso Bayer, que comprende:

proporcionar una fase líquida que comprende una cantidad de extracción de oxalato de una sal orgánica que es una fracción másica de al menos 1 %, basado en la masa de la corriente de proceso Bayer, en donde la sal orgánica comprende un catión orgánico cuaternario seleccionado del grupo que consiste en: fosfonio, amonio, imidazolio, pirrolidinio, quinolinio, pirazolio, oxazolio, tiazolio, isoquinolinio y piperidinio,

y la sal orgánica se selecciona:

- del grupo que consiste en: cloruro de trihexiltetradecilfosfonio, cloruro de tetrabutilfosfonio, hidróxido de tetrabutilfosfonio, cloruro de tetradecil(tributil)-fosfonio, cloruro de tributil(8-hidroxiocetil)fosfonio, cloruro de octil(tributil)fosfonio y cloruro de tetradecil(tributil)fosfonio,

- o del grupo que consiste en: hidróxido de tributilmetilamonio, hidróxido de tetrabutilamonio, cloruro de tetrabutilamonio, hidróxido de tetrapentilamonio, nitrato de estearamidopropildimetil-2-hidroxiethylamonio, cloruro de etiltetradecilundecilamonio, bromuro de tetrahexilamonio, cloruro de dodeciltrimetilamonio, cloruro de bencildimetilcocoamonio, N,N-dimetil-N-dodecilglicinbetaína, cloruro de dimetildicocoamonio cuaternario, Aliquat® HTA-1, cloruro de 1-octil-2,3-dimetilimidazolio y cloruro de seboalquiltrimetilamonio;

y en donde la fase líquida es al menos parcialmente inmisible con la corriente de proceso Bayer;

entremezclar la corriente de proceso Bayer con la fase líquida en una cantidad eficaz para formar una mezcla líquido/líquido bifásica, en donde la mezcla líquido/líquido bifásica comprende una fase principalmente de proceso Bayer y una fase principalmente de sal orgánica; y

separar al menos parcialmente la fase principalmente de proceso Bayer de la fase principalmente de sal orgánica para formar una fase principalmente de proceso Bayer separada y una fase principalmente de sal orgánica separada;

en donde la entremezcla es eficaz para reducir la concentración de oxalato en la corriente de proceso Bayer.

2. El método de la reivindicación 1, en donde la fase líquida es una fase acuosa líquida.

3. El método de la reivindicación 2, en donde la fase acuosa líquida comprende desde aproximadamente 1 % hasta aproximadamente 97 % de agua, expresada en fracción másica basada en la masa total de fase acuosa líquida.

4. El método de la reivindicación 1, en donde la fase líquida comprende un disolvente.

5. El método de la reivindicación 4, en donde el disolvente consiste en un miembro del grupo que consiste en hidrocarburos aromáticos, alcoholes alifáticos, alcoholes aromáticos, hidrocarburos halogenados y combinaciones de los mismos.

6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la fase líquida comprende un diluyente.

7. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la cantidad de extracción de oxalato de sal orgánica es una fracción másica de 2 % o superior, basada en la masa de la corriente de proceso Bayer.

8. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la cantidad de extracción de oxalato de sal orgánica es una fracción másica de al menos 10 %, basado en la masa de la corriente de proceso Bayer.

9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende entremezclar la corriente de proceso Bayer con la fase líquida en una relación másica entre corriente de proceso Bayer y fase líquida en un intervalo de 1000:1 a 1:10.

10. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende además potenciar la velocidad de separación de la fase principalmente de proceso Bayer de la fase principalmente de sal orgánica por calentamiento.

11. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende además entremezclar la fase principalmente de proceso Bayer separada con una segunda corriente de proceso Bayer.