

11 81219



20 DIC 1917

181219

MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente a la solicitud de registro de una patente de invención que se solicita para España y sus Colonias, a favor de la razón social "SUNMISTROS FRIGORIFICOS LTADA.", residente en Bilbao (Vizcaya), Avenida Principal de Iralabarrí número 3,

P O R

"PERFECCIONAMIENTOS EN EL PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL MONOCLOROMETANO"

Esta patente se refiere a la obtención del monoclorometano, químicamente puro, de especial aplicación en la industria frigorífica.

El objeto esencial de esta patente es la elaboración industrial del ClCH_3 en condiciones de la máxima economía y, prácticamente, con un rendimiento casi cuantitativo, en una misma fase de producción y depuración sin necesidad de posteriores rectificaciones.

El procedimiento objeto de esta patente presenta la gran ventaja, sobre los ya conocidos, de simplificar al mínimo el tiempo en que transcurre la reacción logrando, sin nuevas operaciones, un grado de pureza que le hacen apto para una inmediata aplicación en máquinas frigoríficas, uso para el que son indispensables unas características de depurada calidad

Aparte del ahorro que supone en la jornada laboral y en el desgaste de los materiales, permite un mayor lapso de enfriamiento a la caldera esmaltada contribuyendo a su conservación. Este hecho reviste una mayor

15



20 DIC 1947

importancia que la que, aparentemente, parece entrañar: una elaboración industrial con garantías de continuidad, en la que interviene el HCl a alta ebullición, no puede efectuarse sin disponer de materiales antiácidos a base de esmaltes adecuados. Pero los esmaltes son vidrios de determinada composición, de precio elevado, que están expuestos a las mismas eventualidades de rotura por percusión o por cambios bruscos de temperatura, de tal forma que, un procedimiento que empleando tales materiales inalterables por el HCl podría ser remunerativo, resulta a la postre anti-económico si no se adoptan las provisiones que tienden a su entretimiento.

20

25

En consecuencia, si el proceso se prolongase mucho tiempo por lentitud en la esterificación, el margen que podría quedar para lograr un enfriamiento adecuado para la descarga del líquido residual y reposición de nueva mezcla reaccionante, pudiera ser insuficiente y al verter el líquido frío, se corre el albur de ocasionarse resquebrajaduras que inutilizarían en breve plazo al reactor.

30

De acuerdo con lo que precede interesa, ante todo, acelerar la velocidad de reacción rebajando, simultáneamente, la temperatura normal de desprendimiento del ClCH_3 que contribuirá apreciablemente a que las condiciones generales de desenvolvimiento del proceso transcurran con más suavidad y menor coste.

35

Para aclarar suficientemente el propósito y alcance de esta patente, describimos el procedimiento operatorio que corresponde al esquema de la instalación que se adjunta.

40

En la caldera esmaltada (1) se vierten 54 partes en volumen de alcohol metílico de más de 95%. A continuación se añaden 198 partes en volumen de ácido clorhídrico comercial de 22° Bé y una pequeña cantidad de siliciuro de cobalto en presencia de cloruro de zinc, que actúa de catalizador, representando éste el 3% en peso de la masa reaccionante. En estas condiciones se cierra la boca de carga del reactor y se le suministra calefacción a vapor de agua recalentado, mediante una calde-

45

181219



UIC 1947

50

ra auxiliar, que no figura en el esquema. A los 60° comienza el desprendimiento de ClCH_3 , mientras que los vapores de metanol y ácido clorhídrico que aún no han reaccionado, retornan a la caldera por condensación en el refrigerante de reflujo (2) dispuesto sobre ella. La temperatura de reacción irá aumentando gradualmente, a medida que disminuye la concentración de alcohol y en consecuencia con las sucesivas mezclas azeotrópicas con el agua. Alrededor de 100° se estabiliza la temperatura, alcanzando la presión a lo largo del sistema 2 Kgs./cm² que se mantiene sensiblemente constante hasta las postrimerías de la operación.

55

En este primer periodo radica lo que pudiéramos llamar fase de producción, para distinguirlo del tratamiento subsiguiente que comprende las operaciones de purificación a fondo. Hemos podido comprobar que con el empleo del siliciuro de cobalto en presencia del cloruro de zinc, como catalizador, en la relación 1:3, se termina el proceso, íntegramente en dos horas treinta minutos, sin que la temperatura máxima exceda de 125° C, rebajando sensiblemente el tiempo requerido en otros procedimientos y alcanzando un rendimiento prácticamente cuantitativo, que ninguno de ellos permitía obtener.

60

65

El ClCH_3 que se va produciendo se elimina constantemente por succión del compresor (7) que comienza a actuar cuando el manómetro de la caldera esmaltada indica una lectura de 1,5 Kgs./cm², manteniendo de esta forma una corriente continua de gas que, al aumentar luego la temperatura del agente calefactor, alcanza una presión de 2 kgs./cm²

70

75

El ClCH_3 separado inicialmente del HCl , CH_3OH y H_2O del reactor por la acción del refrigerante de reflujo (2) contiene como impurezas mínimas cantidades de dichos cuerpos que lleva el gas por arrastre y disolución y que es imprescindible separar. Con tal objeto se le hace pasar primero por un lavador (3) conteniendo una solución alcalina concentrada que retiene el HCl dejándolo en porcentaje homopático, al mismo tiempo que las trazas de CH_3OH . Aunque no figuran en



80 29 DIC 1947

el esquema se disponen varios lavadores análogos.

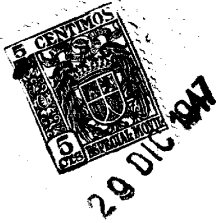
85 Sin embargo, este primer lavado, que elimina el metanol y el ácido clorhídrico, por efectuarse con una solución acuosa de álcali, hace aumentar el contenido en humedad del gas ClCH_3 , imponiéndose una deshidratación progresiva con H_2SO_4 de 668 B \acute{e} colocado en varios desecadores del tipo (4) refrigerados por bajo de 10°C , que predisponen al ClCH_3 para una final neutralización de humedad y acidez, con arreglo a la técnica que ha de ser objeto de reivindicación. Estos desecadores, análogamente que los lavadores alcalinos, son esmaltados, se cierran herméticamente con juntas de plomo y puente de acero y tienen un orificio inferior para descarga de líquido agotado.

90 Los tubos de unión entre ellos y el que enlaza el refrigerante de reflujo con el primer lavador pueden ser de plomo o de hierro, herméticamente adaptados por medio de prensa-estopas, que facilitan el desmontaje y reposición.

95 Antes de someterse el gas monoclorometano a la acción del compresor de un sólo grado que utilizamos, se le expone a una última y completa depuración por paso a través de la torre purificadora (5) en la que se ha colocado, convenientemente, una mezcla de gel de sílice e hidróxido sódico anhidro, haciendo seguir al gas una trayectoria en zig-zag para aumentar la superficie de contacto y manteniendo la masa a una temperatura baja que facilitará la separación de humedad por condensación y luego con el refrigerante de agua (6) rebajamos su tensión de vapor antes de comprimirlo.

100 En este periodo hemos podido constatar que el grado de bondad adquirido por el producto puede compararse al que se lograría, en otros métodos, con varias rectificaciones independientes.

105 Considerada, sin mayores tratamientos, apto para las aplicaciones que nos proponemos, sólo nos queda el problema de su conservación y manipulación industrial, licuándolo a la presión de 4 Kgs./ cm^2 y



110

15° C en el compresor (7) accionado por un motor de 2 HP. Mediante el tubo (8) enviamos el ClCH_3 a los colectores de almacenamiento e instalaciones de distribución- que no figuran en el esquema - para su alojamiento definitivo en las botellas de acero propias para el manejo de esta clase de productos.

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

115

1) - Procedimiento perfeccionado para la elaboración del monocloro- metano, en forma discontinua, que consiste en el empleo del siliciuro de cobalto en presencia del cloruro de zinc en la relación 1:3, como catalizador, inmerso en la mezcla reaccionante de metanol y ácido clorhídrico comercial, a temperaturas comprendidas entre 60° C y 130° C y presión hasta 2 Kgs./cm².

120

2) - Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por que el catalizador de siliciuro de cobalto en presencia de cloruro de zinc, representa al 3% en peso de la masa reaccionante de metanol y ácido clorhídrico comercial.

125

3) - Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por que el deshidratante y neutralizador de acidez, con doble efecto simultáneo, es una mezcla de gel de sílice e hidróxido sódico anhidro, mantenida a temperaturas inferiores a 10° C y presiones comprendidas entre 0,750 Kgs./cm². y 2,5 Kgs./cm².

130

4) - Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por que la reacción y purificación se verifica en un aparato construido totalmente o en parte de esmalte antiácido coloreado por óxido de cobalto.

135

5) - Por último se reivindica como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita para España y sus Colonias

p o r

" PERFECCIONAMIENTOS EN EL PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL MONOCLOROMETANO "

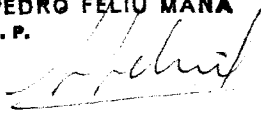
Todo conforme queda expresado en la presente Memoria des-

140

criptiva que consta de seis páginas escritas a máquina por una sola cara y plano que se acompaña.

Madrid 28 de Diciembre de 1947

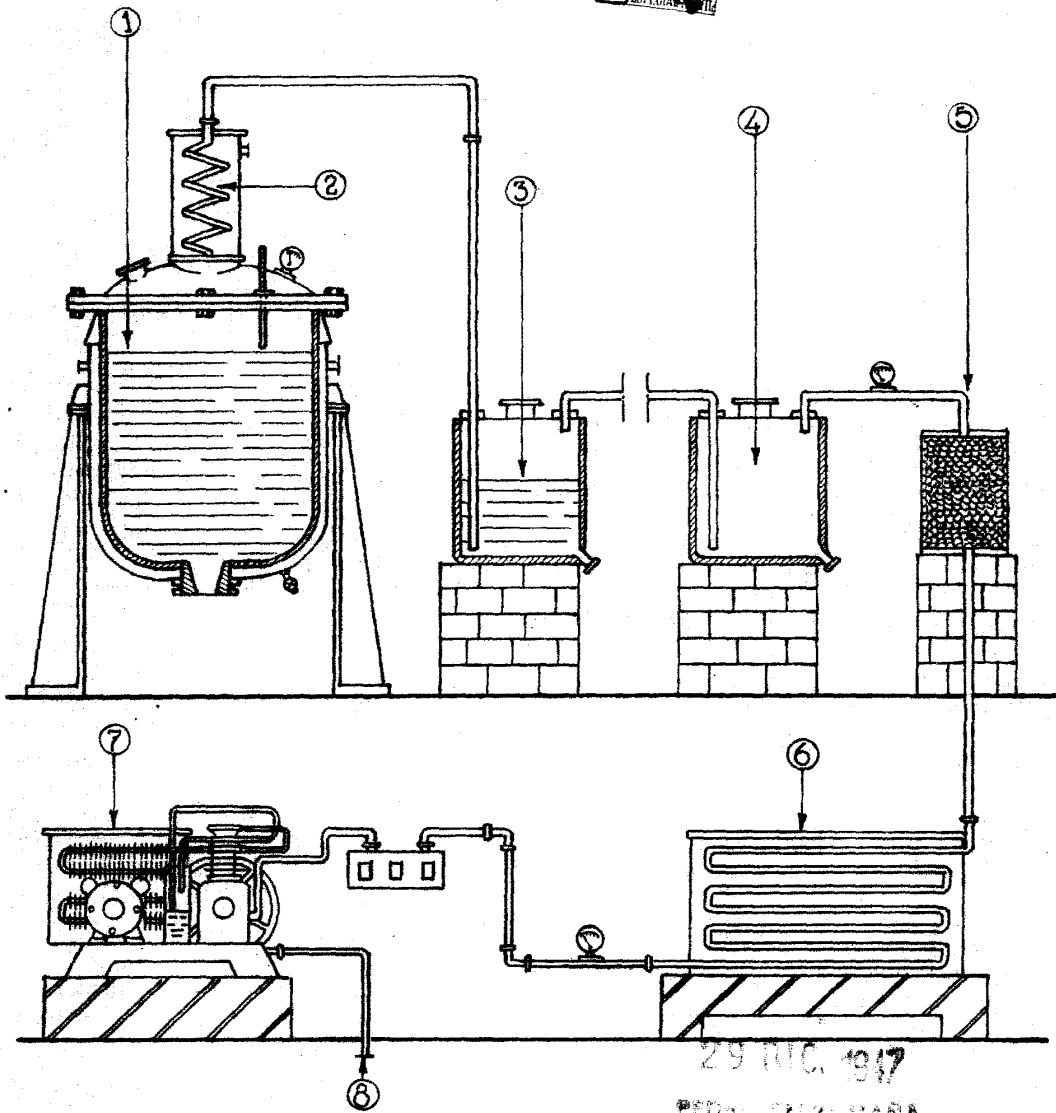
PEDRO FELIU MAÑA
P. P.



181219



DIC 1917



29 DIC. 1917

RECIBIDA PARA

Beltrán