

186836

PATENTE DE INVENCION  
=====

I.C.I. Case 9247  
=====

186836

31 EN



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de cloruro  
"etílico".

=====

Solicitantes: SOLVAY & CIE., domiciliados en  
33 Rue Prince Albert, Bruselas, Bélgica.

=====

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de cloruro etílico por cloración de etano en fase de vapor.

5. En la memoria descriptiva de la patente inglesa nº 33874 ya se ha explicado que los cloruros alquílicos pueden prepararse mediante mezcla de cloro y un hidrocarburo de parafina en fase de vapor en la oscuridad a reducida temperatura, para evitar una reacción prematura entre los dos componentes y después calentar la mezcla a una temperatura elevada también en la oscuridad. Sin embargo,
10. no se hace referencia alguna directa al cloruro etílico. En la patente norteamericana 1.242.208 se explica que el cloruro etílico puede obtenerse haciendo pasar una mezcla gaseosa que contenga 1 volumen de cloro y 8

186836

- 2 -



15. volúmenes de etano a una cámara que se mantenga a una temperatura de unos 300° C. a 500° C. separándose el cloruro etílico del exceso de etano por refrigeración y compresión de los productos de reacción, por ejemplo, a una temperatura de -20° C. y a una presión de 8 atmósferas.

20. Tambien se ha descubierto que (véase Journal of Organic Chemistry 1940 5 449-471) el cloruro etílico puede obtenerse calentando una mezcla de cloro y etano con un gas diluyente tal como por ejemplo el bióxido de carbono o nitrógeno. Las temperaturas que se utilizaban eran aproximadamente 200° C. a 300° y el tiempo de contacto unos 6 segundos y se empleaba una relación de volumen de cloro/etano/nitrógeno del orden de 1:2:4. Tambien se explicaba que aun cuando el cloruro etílico es estable por sí, a la temperatura de reacción se desarrollaban en la reacción de clorinación considerables cantidades de etileno y "exceso" de cloruro de hidrógeno, (es decir, cloruro de hidrógeno en exceso de lo que se podía esperar del cloro empleado).
25. Se explicaba además que se podía clorar la parafina de ya sea un etano-etileno o y mezcla de cloruro etano-etílico para la exclusión de la olefina o monohalogenuro mezclados.

30. La patente norteamericana nº 2.246.082 que incluye el objeto del antedicho artículo describe un procedimiento para la obtención de cloruro etílico que comprende hacer reaccionar una mezcla gaseosa de etano y etileno con cloro a una temperatura de por lo menos 225° C., pero inferior a la que prácticamente favoreciera la degradación, efectuándose con ello la cloración del etano sin que tenga lugar la cloración del etileno en
- 35.
- 40.
- 45.

186836

- 3 -



- cantidad substancial. Tambien se mencionaba que el etileno y subproducto de cloruro de hidrógeno pueden reaccionar subsiguientemente a una temperatura de unos 100° C. a 200° C., para obtener cantidades adicionales de cloruro etílico, pero no se explicaba detalladamente el modo en que esta última reacción podía efectuarse. Aun cuando se conocen muchas substancias para la catalisis de esta reacción, todas ellas requieren una velocidad espaciada muy reducida si se quiere obtener un consumo de etileno substancial. Tal procedimiento no se adapta, por consiguiente, a un procedimiento para la cloración de etano en fase rápida de vapor en la que los hidrocarburos que no reaccionan son devueltos al ciclo, puesto que ello requeriría el empleo de un dispositivo de reacción subsiguiente mucho mayor que el dispositivo de reacción principal.
- Tales procedimientos se han descrito para la producción de cloruro etílico del etano, aun cuando utilizando una temperatura de reacción razonable se requiere una velocidad espaciada reducida. Estas velocidades espaciadas reducidas tienen el inconveniente de que producen considerable "cracking" del cloruro etílico al etileno y cloruro de hidrógeno con la consiguiente reducción en el rendimiento de cloruro etílico y tambien exigen un considerable aumento de tamaño de los aparatos en comparación con un procedimiento que se efectúa con una velocidad espaciada elevada. Tambien los procedimientos en que se emplean temperaturas de reacción muy elevadas producen pirolisis de reactivos y productos de reacción, por lo que no son recomendables.

En un procedimiento para la obtención de cloruro etílico por cloración de etano, cloruro etílico con

186836

- 4 -



80. cualquier dicloreto formado en la reacción , mediante condensación y el exceso de etano junto con cualquier etileno que inicialmente hubiera presente en el gas de alimentación y el etileno formado por el cracking del cloruro etílico salen del sistema. En un procedimiento industrial es evidentemente necesario enviar de nuevo
85. al ciclo estos gases que han abandonado el sistema para utilizar el exceso de etano y obtener elevados rendimientos de cloruro etílico. Sin embargo dado que el constituyente de etileno del gas enviado nuevamente al ciclo no se ha clorado en el dispositivo de reacción, se formará en el sistema a menos que se extraiga.
90. Como el constituyente de etileno del gas enviado de nuevo al ciclo aumenta, la proporción efectiva de etano/cloro disminuirá naturalmente, y como esta relación disminuye, el rendimiento de cloruro etílico disminuye asimismo
95. y el rendimiento de bicloruros, exceso de cloruro de hidrógeno y etileno aumenta.

- Hemos descubierto ahora que el cloruro etílico puede obtenerse con elevado rendimiento haciendo reaccionar etano y cloro y extrayendo etileno de los gases de reacción haciendo pasar los productos de reacción gaseosos junto con cloro a un dispositivo de reacción subsiguiente, que se mantiene a una temperatura adecuada y que contiene una composición que comprende cloruro cúprico y alumina activa, un material catalítico que es conocido para efectuar una rápida cloración adicional de etileno.
- 100.
- 105.

- Por consiguiente, según la presente invención, un procedimiento para la obtención continua de cloruro etílico comprende las fases de hacer reaccionar de 3 a
110. 5 volúmenes de etano con 1 volumen de cloro a una

186836

- 5 -



- temperatura de unos 450°C., a 500°C. con un tiempo de contacto de 0,3 a 1.0 segundo, extrayendo etileno de los gases de reacción haciendo pasar los productos de reacción gaseosos junto con una cantidad de cloro igual al
115. equivalente molecular del etileno presente a un dispositivo de reacción secundario, que se mantiene a una temperatura de unos 15°C. a 70°C., y que contiene una composición catalítica que comprende cloruro cúprico y alumina activa, aislando después el cloruro etílico
120. deseado y enviando de nuevo al ciclo el etano que no haya reaccionado.

- Para evitar la formación de mezclas explosivas y combustión del etano, es necesario emplear un exceso de etano sobre cloro antes de someterlos a un procedimiento de cloración a elevada temperatura. El empleo de un
125. gran exceso de etano sobre el cloro reduce la formación de dicloroetanos, pero presenta el inconveniente de que complica la recuperación de ácido clorhídrico acuoso de elevada fuerza y la recuperación de cloruro etílico
130. puesto que reduce el contenido de cloruro de hidrógeno y cloruro etílico de los gases de escape del dispositivo de reacción. Por otra parte, el rendimiento de cloruro etílico disminuye con la disminución en la relación etano-cloro debida esencialmente a la formación de
135. dicloroetanos y el cracking de cloruro etílico. Hemos descubierto que pueden obtenerse buenos rendimientos de cloruro etílico empleando de 3 a 5 volúmenes de etano a 1 volumen de cloro. Una proporción de etano/cloro de 5:1 es especialmente conveniente, es decir, una
140. proporción de etano/cloro de 5:1 puesto que el rendimiento de cloruro etílico, basado en cloro, obtenido cuando se emplea una proporción más elevada es por lo menos 10%

186836

- 6 -



más elevada que la que se obtiene con una proporción más reducida.

145. También es necesario en la cloración de etano de fase de vapor un tiempo de contacto reducido con una temperatura de reacción adecuada. Hemos descubierto que se obtienen los mejores resultados cuando la reacción se efectúa a una temperatura de 450° a 500° C., con un tiempo de contacto de 0.3 a 0.5 de segundo. Con las relaciones más elevadas de etano/cloro es necesario calentar previamente los agentes de reacción si esta última ha de tener lugar en el dispositivo de reacción principal dentro de la deseada temperatura. Con las
150. relaciones más reducidas de etano/cloro, por ejemplo una proporción de 3:1, no se precisa un calentamiento previo de los gases de reacción puesto que el calor de la reacción es suficiente para mantener las mezclas de reacción a las temperaturas deseadas.
155. En la presente invención, los gases que escapan del dispositivo de reacción principal consisten en un exceso de etano, cloruro etílico, dicloretano, cloruro de hidrógeno y etileno y algunas veces vestigios muy pequeños de cloro. Los gases se refrigeran y pasan junto con una pequeña cantidad de cloro en el dispositivo de reacción secundario que contiene el catalizador cloruro cúprico-alúmina activa, reaccionando el etileno en unión del cloro para dar bicloruro etilénico, producto valioso ya presente en la mezcla de reacción. La fase de destilación subsiguiente para la separación de los productos no es por consiguiente más complicada que sin un sistema para la extracción de etileno. Aun cuando todo el etileno introducido en el sistema, ya sea en la producción del etano o formado por cracking, ha de retirarse del
160. En
- 165.
- 170.

186836

- 7 -



175. modo antes descrito, no es necesario llevar a cabo el procedimiento sin etileno en el gas devuelto al ciclo. Es preferible desde luego efectuar el procedimiento de la presente invención formando y manteniendo un contenido de etileno de 5 a 10% en el gas enviado de nuevo al ciclo. De este modo hay presente un tope de etileno para impedir cualquier variación en la alimentación subsiguiente de cloro y en la cantidad de producto de etileno por craking, y para reaccionar con cualquier pequeña cantidad de cloro que pueda pasar por el dispositivo de reacción principal.
- 180.
- 185.

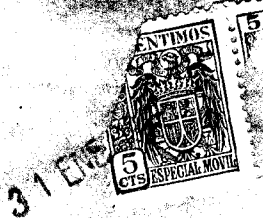
- Tambien el tiempo de contacto mínimo permisible en el dispositivo de reacción secundario sin paso de cloro libre, que es por lo general de por lo menos 3 segundos, depende de los gases que escapan del dispositivo de reacción principal. El método anteriormente descrito para extraer el etileno es por lo tanto más conveniente porque los tiempos de contacto son tales que permiten la extracción rápida del etileno y es consistente a la cloración del etano en fase de vapor rápida.
- 190.
- 195.

- Después de extraer el cloruro de hidrógeno es muy difícil efectuar la separación completa del cloruro etílico de los gases de escape. Así, pues, para reducir el contenido de cloruro etílico del etano enviado de nuevo al ciclo a 0.5% se requiere el empleo de un condensador que se mantiene a una temperatura de  $-80^{\circ}$  C. a la presión atmosférica o a una temperatura de  $-20^{\circ}$  C. a una presión de 27 atmósferas. Es por lo tanto más conveniente dejar una determinada cantidad de cloruro etílico que circule con el etano que no ha reaccionado puesto que esto permite emplear condiciones de condensa-
- 200.
- 205.



- ción más moderadas. En la presente invención si los gases que vuelven al ciclo contienen una proporción substancial de cloruro etílico, hay un considerable aumento
210. en la formación de dicloroetanos, así como un "exceso" de cloruro de hidrógeno. Sin embargo, si el contenido en cloruro etílico de los gases enviados de nuevo al ciclo no excede de 2.5% aproximadamente (en volumen) no producirá efecto perjudicial en la clorinación de etano.
215. Cuando el contenido de cloruro etílico aumenta sobre este valor, la cantidad de dicloroetanos y "exceso" de cloruro de hidrógeno aumenta con la correspondiente disminución en el rendimiento de cloruro etílico y este efecto es mayor cuanto menor es la proporción de
220. etano/cloro. Hemos descubierto que, suponiendo que no haya etileno en la materia prima etano, se podrá obtener un rendimiento de cloruro etílico tan elevado como un 85-86% basado en el cloro, haciendo reaccionar 5 volúmenes de etano con 1 volumen de cloro a una
225. temperatura de unos 450° C. a 500° C. con un tiempo de contacto de 0,3 a 0,5 de segundo, (en el dispositivo de reacción principal) siempre que el contenido de cloruro etílico del etano enviado de nuevo al ciclo no sea más elevado de un 2.5%. Sin embargo, aun admitiendo el
230. contenido de etileno de la formación de etano y calculando el rendimiento como  $\frac{100E}{B-C}$  en la que E representa las moléculas de cloruro etílico producidas, B representa la totalidad de las moléculas de cloro empleadas en los alimentadores principal y subsiguiente y C representa
235. las moléculas de etileno en el alimentador de etano, hemos descubierto que pueden obtenerse rendimientos de un 78% a un 81%. Los rendimientos de cloruro etílico mencionados en la memoria descriptiva están todos

186836 - 9 -



calculados de este modo.

240. Ya se ha descubierto (vease *Journal of Organic Chemistry* 1940 5 495) que el propileno tiene un efecto inhibitorio marcado en la clorinación del etano. Hemos descubierto ahora, sin embargo que en la presente invención, la presencia de un pequeño porcentaje de propileno en el etano no reduce el rendimiento de cloruro etílico (basado en etano), producido. El propileno reacciona con una pequeña cantidad de cloro en el dispositivo de reacción principal y con cloruro de hidrógeno en el dispositivo de reacción secundario para dar una mezcla de cloruro alílico bicloruro propilénico e isopropilo. Sin embargo, estos compuestos complican ligeramente la recuperación de los dicloroetanos en estado puro, puesto que estos se obtienen normalmente por destilación fraccional de los productos de reacción condensados. Por lo anteriormente expuesto, se comprenderá que es evidente que el etano producido por el cracking de los hidrocarburos de petróleo, que con frecuencia contiene etileno y que puede contener también propileno, puede emplearse como materia prima en el procedimiento de la presente invención.
- 245.
- 250.
- 255.
260. Como ya se sabe que el oxígeno ejerce un efecto inhibitorio en la clorinación de la parafina en fase de vapor, deberá excluirse del sistema el oxígeno en cuanto sea posible. La presencia de oxígeno dá lugar a un aumento en la formación de dicloroetanos y un exceso de cloruro de hidrógeno conél correspondiente descenso en el rendimiento de cloruro etílico. También el oxígeno tiene por efecto la combustión de una menor cantidad de etano produciendo bióxido de carbono y agua; este fenómeno dificulta el control de la temperatura en el
- 265.
- 270.

186836

- 10 -



275. recipiente de reacción principal y también el agua producida puede envenenar la catalisis en el segundo recipiente de reacción. Por lo tanto, debe evitarse toda filtración de aire en el sistema y trabajarse en este último a presión positiva ligera.

280. En la presente invención, la formación de carbono en condiciones que produzca pérdida de etano es negligible. En pequeña escala esta formación de carbono tiene un efecto más bien beneficioso que perjudicial en la reacción de cloración. Al efectuar el objeto de la invención en gran escala puede tener lugar una reducida formación de carbono, que produzca el bloqueo del dispositivo de reacción principal, aunque esto se produce solamente a intervalos poco frecuentes. La formación de carbono es más marcada con las bajas relaciones de etano/cloro por ejemplo de 3:1 que con las relaciones más elevadas de etano/cloro, por ejemplo 5 : 1.

285. La presente invención se comprenderá mejor haciendo referencia al dibujo que se acompaña.

290. En el dibujo, el etano que vuelve al ciclo pasa por los tubos 1 y 3 y forma etano a través de los tubos 2 y 3 hasta el compensador de calor de doble paso 4. Un tubo de salida 5 une el compensador de calor al recipiente de reacción de níquel 8 y toca por medio del tubo de admisión 6 para el cloro, con la unión 7. El tubo 9 para los gases de salida del dispositivo de reacción conduce a cualquier sistema de refrigeración apropiado, que no vá representado en el dibujo, mediante el cual los gases de escape se refrigeran inicialmente;

295. después al paso interior del compensador de calor 4

300. y finalmente por el tubo 10 al refrigerador de gas 11. Un tubo 12 que se encuentra por medio del tubo de



305. admisión 13 para el cloro, con la unión 14 conecta el refrigerador de gas con el dispositivo de reacción subsiguiente 15. Este último está provisto con unos tubos de admisión y salida 16 y 17 para agua de refrigeración. El tubo de desagüe 18 conduce al sistema de absorción de cloruro de hidrógeno 19, que lleva un tubo de admisión 20 para agua y un tubo de desagüe 21 para ir retirando el ácido clorhídrico acuoso. El tubo 22 conduce a la torre de depuración de sosa cáustica 23 que vá provista de un tubo de admisión 24 y un tubo de salida 25 para la sosa cáustica. El tubo de desagüe 26 conduce a la torre de lavado 27 que tiene un tubo de admisión 28 y un tubo de desagüe 29 para el ácido sulfúrico. Las torres de lavado o purificación 19, 23 y 27 pueden reemplazarse cada una por dos o más torres si se desea. Tambien hay dispuestos los oportunos medios, que no ván representados en el dibujo, para volver a enviar al ciclo los productos absorbentes parcialmente gastados desde los tubos 21, 25 y 29 por detrás de la parte superior de las respectivas torres de lavado.

315. Los gases pasan por el tubo 30 al compresor 31 y por el tubo 32 al sistema compensador de calor 33. El tubo 34 conecta el compensador de calor con el sistema de condensación 35. Este último vá a su vez provisto de un tubo de admisión 36 que retorna al compensador de calor 33. El tubo 37 para los cloretanos condensados conduce al tanque de alimentación 38. El tanque de alimentación tiene un tubo de desagüe 39 que conduce a la columna de desgasificación 40 que vá coronada por una caldera 43. Desde la parte superior de la columna 40, un tubo de desagüe 41 para el etano

186836

- 12 -



31 ENC

330. tropieza con el tubo 34 en la unión 42. El tubo 44 de la caldera 43 conduce a la columna de destilación 45 que vá coronada por la caldera 53 que a su vez vá provista de un tubo de desagüe 54. Un tubo 46 para el cloruro etílico evaporado conduce al condensador
335. 47. El condensador vá equipado con un tubo respiradero 48 y un tubo de salida 49 para el cloruro etílico condensado. El último tubo conduce a la caja divisoria 50. Una parte del cloruro etílico condensado vuelve a pasar a la columna de destilación 45, mientras que el resto
340. se extrae por el tubo 52.

- Quando se emplee el aparato anteriormente descrito, el etano pasa por el paso exterior del compensador de calor 4 y se mezcla con una tercera y quinta parte de su volumen de cloro, en un punto justamente antes del
345. dispositivo de reacción principal 8. Sin embargo, si el etano formado contiene cantidades substanciales de etileno y/o propileno, el contenido olefínico puede reducirse o extraerse completamente haciendo pasar el etano bruto con una cantidad apropiada de cloro a un
350. dispositivo de reacción similar al dispositivo de reacción secundario y que contiene una composición de cloruro cúprico - alúmina activa. Las cloroparafinas formadas de este modo pueden extraerse de la corriente de gas de etano por refrigeración adecuada, y el etano
355. formado purificado se pasa junto con etano devuelto al ciclo al dispositivo de reacción principal. Como la temperatura de los gases de escape del dispositivo de reacción principal es extremadamente elevada los gases se refrigeran y después se pasan por el paso interior del
360. compensador de calor 4. Mediante esta disposición el



etano que vá llegando se calienta previamente y los gases de escape se refrigeran aun más. Finalmente, los últimos gases se refrigeran convenientemente desde 25º C. a 30º C en el refrigerador de gas 11. Los gases reaccionan después con cloro en el dispositivo de reacción secundario y pasan luego a la torre 19 en contracorriente al flujo del agua para extraer cloruro de hidrógeno. Los últimos vestigios de cloruro de hidrógeno y tambien los vestigios de cloro libre que pudieran haber pasado al dispositivo de reacción secundario pueden extraerse, haciendo pasar los gases a través de la torre de lavado de sosa cáustica 23. La mezcla de gases que generalmente consiste en etano que no ha reaccionado cloruro etílico y una pequeña cantidad de dicloroetanos se seca haciéndola pasar por la torre de lavado de ácido sulfúrico 27.

Los gases se comprimen en el compresor giratorio 31 convenientemente a una presión absoluta de 60 libras por pulgada cuadrada y después se refrigeran en el compensador de calor de doble paso 33 por medio del etano no condensado que entra en el compensador de calor por el tubo 36 desde el condensador 35. Este etano pasa en dirección opuesta a la mezcla de gas que vá llegando y después que ha descendido a una presión ligeramente sobre la atmosférica por cualesquiera medios apropiados, que no ván representados en el dibujo, es enviado de nuevo al ciclo por el tubo 1 al compensador de calor 4. Los cloretanos condensados que contienen etano disuelto se retiran del condensador y pasan a la columna de desgasificación 40. El etano se retira por el tubo 41 del condensador 35 y se une al cuerpo principal del etano enviado de nuevo al ciclo. Los cloretanos mezclados se envían después a la columna de fraccionamiento

186836

- 14 -



45, extrayéndose el cloruro etílico y los dicloreanos mezclados por los tubos 52 y 54 respectivamente. Los  
395. dicloreanos pueden fraccionarse subsiguientemente en una destiladora, que no vá representada en el dibujo.

Los ejemplos siguientes ilustran , pero no limitan la invención, estando tomadas todas las partes en peso.

400.

EJEMPLO 1.

En este ejemplo y en el siguiente se empleó un aparato similar al representado en los adjuntos dibujos. El contenido de etileno en el etano formado se redujo por debajo de 1% mediante un tratamiento preliminar con  
405. cloro en un aparato de reacción, que contenía un catalizador cloruro cúprico-alumina activa, como se ha descrito anteriormente. El catalizador se preparó añadiendo una solución de cloruro cúprico en ácido clorhídrico diluido a alumina activada de partículas

410. de un tamaño de 1/4 a 1/2 de pulgada. La alumina húmeda resultante se secó a 200° C. a 250° C. y tenía un contenido en cobre de 2.1%.

Las condiciones en que se llevó a cabo la cloración fueron las siguientes: Se emplearon una proporción etano-cloro de 5:1 y <sup>un</sup> contenido de cloruro etílico de  
415. 2.5% en el etano enviado de nuevo al ciclo. El contenido en etileno del gas devuelto al ciclo se conservó por debajo de 5%, siendo el contenido de oxígeno de 0.4 a 0.5%.

Las cantidades efectivas de las materias de reacción fueron las siguientes: 13.300 partes de cloro se hicieron reaccionar con el etano en el dispositivo de reacción principal y 800 partes de cloro con el etileno en el dispositivo de reacción secundario. Se obtuvieron  
420. 10.100 partes de cloruro etílico que representan un

186836

- 15 -



425. rendimiento de 79.9%, basado en cloro aprovechable. Se obtuvieron 2,700 partes de dicloroetano mezclado que consisten en cantidades iguales de bicloruro etilénico y bicloruro etilidénico.

EJEMPLO 2.

430. En este ejemplo el contenido de etileno del etano formado no se extrajo mediante un tratamiento de purificación preliminar con cloro. El catalizador del ejemplo 1 se empleó en el dispositivo de reacción secundaria.

Las condiciones en que se efectuó la clorinación

435. son las siguientes:

Se empleó una proporción de etano/cloro de 5 : 1 y un contenido de cloruro etílico de 2.5% en el etano devuelto al ciclo. El etano que tenía un contenido de etileno de 5% se calentó previamente a una temperatura de

440. 105° C. y el cloro se mezcló con el etano previamente calentado justamente antes de entrar en el dispositivo de reacción principal. Este último se mantuvo a una temperatura de unos 450° C. El contenido de etileno en el gas devuelto al ciclo era de 8 a 12% y el oxígeno de 0.2 a

445. 0.5%.

Las cantidades efectivas de los materiales de reacción fueron las siguientes: 28.850 partes de cloro se hicieron reaccionar con el etano en el dispositivo de reacción principal y 1.700 partes de cloro se hicieron

450. reaccionar con el etileno en el dispositivo de reacción secundaria. Se obtuvieron 21.650 partes de cloruro etílico que representan un rendimiento de 81.8% basado en cloro utilizable. También fueron recuperadas 4.900 partes de dicloroetano mezclado que consistían aproxima-

455. damente en cantidades iguales de bicloruro de etileno y bicloruro de etilideno.

186836 - 16 -



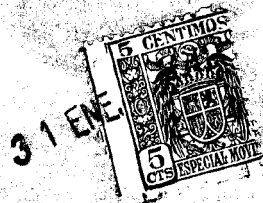
N O T A

- 3
- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe
460. hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 6 de febrero de 1948 nº 3496/48,
465. acogiéndose, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España: "Procedimiento para la obtención de cloruro etílico"; caracterizándose por lo siguiente:
- 470.

- 1º.- Procedimiento para la obtención de cloruro etílico, caracterizado porque comprende las fases de hacer reaccionar de 3 a 5 volúmenes de etano con 1 volumen de cloro a una temperatura de unos 450º C. a 500º C
475. con un tiempo de contacto de 0,3 a 1.0 de segundo, extraer después el etileno de los gases de reacción haciendo pasar los productos de reacción gaseosos junto con una cantidad de cloro igual a la cantidad molecular equivalente del etileno presente a un dispositivo de reacción secundario que se mantiene a una temperatura
480. de unos 15º C. a 70º C. y que contiene una composición catalítica de cloruro cúprico y alumina activa, con un tiempo de contacto de por lo menos 3 segundos y aislar después el cloruro etílico deseado y hacer volver al
485. ciclo el etano no reaccionado.

2º.- Procedimiento según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque se hacen reaccio-

186836 - 17 -



nar 5 volúmenes de etano con 1 volumen de cloro.

490. 32.= Procedimiento según lo especificado en las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque en el dispositivo de reacción principal se emplea un tiempo de contacto de 0,3 a 0.5 de segundo.

495. 42.= Procedimiento según lo especificado en las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el etano que se ha devuelto al ciclo contiene hasta un 2.5% por volumen de cloruro etílico.

500. 52.= Procedimiento según se especifica en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque se mantiene un contenido de etileno de 5 a 10% en el etano devuelto al ciclo.

505. 62.= Procedimiento según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque antes de reaccionar con el cloro en el dispositivo de reacción principal, el suministro de etano que contiene etileno como impureza y una cantidad de cloro no mayor que la molecular equivalente del etileno se pasa a un dispositivo de reacción que contiene la composición catalítica cloruro cúprico - alúmina activa.

510. 72.= Procedimiento para la obtención de cloruro etílico; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

515. Esta memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 31 de enero de 1949.

SOLVAY & CIE.

Por Poder de J. GOMEZ AGUIRRE

