

927,343



PATRÓN DE INVENCIÓN

Your Case No. 215-Spain.

927,343

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de preparación y recuperación de hidrocarburos clorados y cloruro de hidrógeno".

====

Solicitantes : CHEMPARENTS, Inc., entidad norteamericana, residente en 2, Park Avenue, NUEVA YORK, (N.Y.), EE. UU. de A.

====

- Este invento se refiere a procedimientos para la cloración de hidrocarburos alifáticos y, mas especialmente a procedimientos para la obtención de percloroetileno y tetracloruro de carbono, por cloración
5. térmica de hidrocarburos alifáticos y de sus derivados parcialmente clorados y se relaciona, más particularmente, con aquellos procedimientos en los que el afluente reactivo se refrigera con ácido clorhídrico acuoso, que contenga, por lo menos, alrededor del 19%,
 10. en peso, de cloruro de hidrógeno.

224343



El percloroetileno y el tetracloruro de carbono, han logrado un éxito comercial considerable. Pueden prepararse por cloración térmica directa de hidrocarburos alifáticos que contengan de 1 a 4, o más, átomos de carbono en la molécula, con preferencia de 1 a 3 átomos. La reacción de cloración se realiza a temperaturas relativamente altas, del orden de unos 500 a 700°C. o más elevadas, prefiriéndose, en general, temperaturas de 550 a 650°C aproximadamente. El producto deseado se obtiene o separa por fraccionamiento.

Un problema importante, en relación con la preparación del percloroetileno o del tetracloruro de carbono, por este tipo de procedimiento, con rendimientos relativamente elevados, es la obtención de un producto bruto de pureza relativamente elevada y con proporciones mínimas de productos secundarios indeseables. Con anterioridad se propuso, con respecto a este tipo de procedimiento, la refrigeración de los gases calientes de salida del reactor por medio de hidrocarburos líquidos clorados, pero esto deja mucho que desear, especialmente desde el punto de vista de la formación de cantidades apreciables de productos secundarios indeseables. Otro aspecto del procedimiento es la recuperación económica de las cantidades relativamente elevadas de cloruro de hidrógeno formado como producto accesorio.

Los descubrimientos asociados con este invento y relacionados con la solución de los problemas anteriores, y los objetos logrados de acuerdo con este invento, comprenden los siguientes: el facilitar un procedimiento para preparar percloroetileno o tetracloruro de carbono



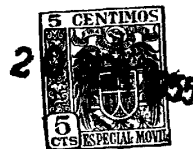
9 2 1943

- por la cloración térmica de hidrocarburos alifáticos que contenga de 1 a 4 átomos de carbono en la molécula, o de sus derivados parcialmente clorados, o de ambos, en el que los gases calientes de salida del reactor se refrigeraran rápidamente por medio de ácido clorhídrico acuoso líquido que contenga, por lo menos, 19% en peso, de cloruro de hidrógeno, con lo cual se reduce al mínimo la formación de subproductos indeseables durante la fase de enfriamiento; el proporcionar un procedimiento de esta índole, en el que el cloruro de hidrógeno, producto secundario, se recupera en estado concentrado; el facilitar un procedimiento de esta naturaleza, en el que el percloroetileno o el tetracloruro de carbono se obtiene o separa por fraccionamiento; y otros objetos que resultarán evidentes al exponer a continuación los detalles o formas de aplicación.
- 45.
- 50.
- 55.

Para facilitar la clara comprensión de este invento, se describen las siguientes aplicaciones específicas del mismo.

60. EJEMPLO 1.

- Empleando una mezcla de reacción de metano y cloro, junto con diluyente que puede contener tetracloruro de carbono, percloroetileno y cloruro de hidrógeno (diluyente que puede obtenerse del sistema de reacción o separación, si se desea), introduciéndola en un reactor o recipiente de reacción en condiciones conocidas, se realiza la reacción con formación de percloroetileno o tetracloruro de carbono, junto con el cloruro de hidrógeno, subproducto. Los gases calientes de salida del reactor, se enfrían rápidamente por contacto con una corriente
- 65.
- 70.



924343

de líquido que contenga ácido clorhídrico acuoso, de una concentración del 21 al 36% de cloruro de hidrógeno.

Los vapores no condensados (de la refrigeración) se enfrían, se licúan y vuelven a introducirse en el refrigerante. Los gases enfriados y no condensados pueden purgarse en parte, si es preciso, para reducir la cantidad de cuerpos inertes presentes, y el resto pueden introducirse de nuevo en la alimentación del reactor.

El líquido de la refrigeración, se separa en dos capas, una superior acuosa, y una inferior de cloruro orgánico. Parte del líquido acuoso se enfría y se retorna al refrigerante, de tal modo que entre en éste a una temperatura de unos 40 a 45°C. y abandone el mismo a una temperatura de 60°C. aproximadamente. Como variante, puede enfriarse y reintroducirse todo el líquido del refrigerante, al que puede añadirse agua si es preciso.

La capa acuosa superior se somete a fraccionamiento, para separar un subproducto ácido clorhídrico acuoso, concentrado. Si se desea, puede separarse un subproducto cloruro de hidrógeno anhidro, por métodos conocidos de apurado y fraccionamiento, por ejemplo como se describe en Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 41, 2165-7 (octubre de 1949).

La capa inferior o de cloruro orgánico, se somete a fraccionamiento. Las impurezas volátiles, pueden eliminarse o tratarse de nuevo. Puede separarse el tetracloruro de carbono, dejando una parte del mismo para nuevo tratamiento, pueden retirarse los productos pesados finales. Y se obtiene como producto el percloretileno puro.



993343

Los gases calientes de salida del reactor, se refrigeran rápidamente con el ácido clorhídrico acuoso, la temperatura y la cantidad de líquido que se pone en contacto con los gases de salida, son tales que
105. enfrían la mezcla gaseosa a una temperatura de unos 60°C.

Este invento está asociado con el sorprendente descubrimiento de que por medio del rapidísimo enfriamiento en la refrigeración, se reduce al mínimo la
110. formación de subproductos indeseables; por ejemplo resulta tres veces menor que en los procedimientos de la técnica anterior empleando un refrigerante de hidrocarburo clorado.

Este procedimiento puede aplicarse de modo
115. continuo, y el método especial de refrigeración reduce al mínimo cualesquiera dificultades de trabajo debidas a la presencia de cualquier pequeña cantidad de hexaclorobenceno o hexacloroetano que pueda formarse; o sea, evitando molestias tales como el depósito de
120. materiales sólidos de este tipo en las columnas, condensadores o tuberías.

Empleando una alimentación real de 1 mol de metano y 3 mols de cloro, se recuperan aproximadamente 4,0 mols de cloruro de hidrógeno como subproducto,
125. junto con casi 0,48 mol de percloroetileno.

EJEMPLO 2.

Se sigue el procedimiento del ejemplo 1, excepto que la alimentación real es de 1 mol de etano con 5 mols de cloro, y se obtienen 0,94 mol de perclo-
130. retileno, unas 6 mols de cloruro de hidrógeno, y una cantidad muy pequeña de productos finales densos.

224048

20



EJEMPLO 3.

Se sigue el procedimiento del ejemplo 1, excepto que la alimentación real es de 1 mol de propano y 5,5
135. mols de cloro, y se obtienen 1,4 mols de percloroetileno, alrededor de 8,0 mols de cloruro de hidrógeno, y una cantidad muy pequeña de cuerpos finales densos.

En los ejemplos anteriores, cuando se desea el percloroetileno como producto principal, el diluyente
140. reintroducido contiene una cantidad apreciable de tetracloruro de carbono con una reducida proporción de percloroetileno, si algo tiene de éste. El tetracloruro de carbono puede producirse como producto deseado, a expensas de la producción de percloroetileno, reduciendo
145. la relación de hidrocarburo a cloro que se introducen en el reactor, y rebajando la temperatura de éste; en tal caso, el diluyente reintroducido contiene una proporción apreciable de percloroetileno.

Se consiguen resultados comparables con los
150. anteriores, mediante distintas modificaciones, tales como las siguientes: El hidrocarburo sometido a reacción puede estar representado por el metano, etano, propano, butano, propileno, etileno o acetileno. Puede usarse cualquier condición adecuada de cloración térmica. El
155. líquido refrigerante acuoso puede contener alrededor de 19 a 36% de ácido clorhídrico.

En vista de la descripción anterior, los peritos en la materia comprenderán fácilmente la posibilidad de introducir variaciones y modificaciones en
160. este invento, y se trata de que queden comprendidas en el mismo cuantas puedan imaginarse, excepto si no se



hallan cubiertas por las reivindicaciones siguientes.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del

165. invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe 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
170. presentada en Norteamérica, con fecha 18 de octubre de 1954, nº 463,068, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años
175. en España: "Procedimiento de preparación y recuperación de hidrocarburos clorados y cloruro de hidrógeno"; caracterizándose por lo siguiente:

180. 1º.- Procedimiento de preparación y recuperación de hidrocarburos clorados y cloruro de hidrógeno, caracterizado por utilizarse la cloración térmica de un miembro del grupo constituido por hidrocarburos alifáticos con 1 a 4 átomos de carbono en la molécula, y derivados parcialmente clorados de los mismos, y por la mejora que comprende el refrigerar rápidamente los gases calientes de
185. salida del subproducto de reacción, con un cuerpo líquido que contenga principalmente ácido clorhídrico líquido, acuoso, con 19% de cloruro de hidrógeno por lo menos.

190. 2º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo clorado obtenido es el percloroetileno.

3º.- Procedimiento, según lo especificado en la



224249

reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo clorado obtenido es el tetracloruro de carbono.

195. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo reactivo es el metano.

5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo reactivo es el etano.

200. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo reactivo es el propano.

205. 7ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo reactivo es el propileno.

210. 8ª.- Procedimiento de preparación y recuperación de hidrocarburos clorados y cloruro de hidrógeno; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 20/SEP. 1956

CHEMIPATENTS, Inc.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET

R.P.