



RECEIVED
27 JUL 1959

259934

25 9934

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "PROCEDIMIENTO DE

FABRICACION DEL CLORO POR OXIDACION DEL ACIDO

CLORHIDRICO"

a favor de

Institut Français du Pétrole, des Carburants et
Lubrifiants

domiciliado en 2 rue de Lubeck, PARIS (XVIIe)

Inventores: Pierre BAUMGARTNER y Pierre DUHAUT, am-
bos de nacionalidad francesa.

Prioridad: solicitud francesa PV.801.635 del 29-7-59

25 9934 28



5 Entre los procedimientos conocidos de fabricación del cloro por oxidación del ácido clorhídrico, los que utilizan el ácido nítrico como agente de oxidación intermedia presentan un interés particular por cuanto permiten operar a temperaturas generalmente poco elevadas, obtener cloro bastante puro y utilizar indiferentemente oxígeno o aire para efectuar la regeneración del ácido nítrico.

10 Sin embargo, hasta ahora la puesta en práctica de estos procedimientos se ha mostrado relativamente difícil y costosa por diversas razones:

15 - el procedimiento, relativamente complejo, necesita la utilización de un conjunto de aparatos importante y costoso debido a los fenómenos de corrosión, que permita realizar la serie de reacciones: oxidación del ácido clorhídrico por el ácido nítrico, separación del cloro y del cloruro de nitrosilo formados, oxidación del cloruro de nitrosilo, separación del cloro y del peróxido de nitrógeno formados y finalmente oxidación de este último en ácido nítrico.

20 - la velocidad de la reacción global es relativamente baja, lo que conduce, para obtener una satisfactoria producción industrial, ya sea a utilizar un conjunto de aparatos voluminoso y por consiguiente costoso, ya sea a elevar la temperatura y eventualmente la presión en ciertas etapas del procedimiento, lo que tiene por efecto incrementar fuertemente los fenómenos de corrosión.

25 - la mezcla reactiva y los productos de la reacción son fuertemente corrosivos frente a la mayor parte de los materiales ordinarios, debido especialmente a la presencia de cloruro de nitrosilo.

30 La presente invención permite salvar estos inconvenientes y presenta por consiguiente las siguientes ventajas:



259934

5 - sencillez del procedimiento y por lo tanto del conjunto de aparatos por la supresión de dos etapas del procedimiento anterior, concretamente la separación del cloruro de nitrosilo y del cloro y la oxidación del primero, permitiendo el procedimiento según la invención convertir directamente y de manera prácticamente cuantitativa el ácido clorhídrico en cloro, sin formación apreciable de cloruro de nitrosilo.

10 - velocidad de reacción elevada, que permite obtener una importante producción industrial, a temperatura moderada y por consiguiente con reducidos fenómenos de corrosión.

15 - a igual temperatura, menor corrosión que con los procedimientos anteriores, debido a la ausencia prácticamente total de cloruro de nitrosilo cuyo contenido en el efluente gaseoso de la reacción es siempre inferior al 5% y prácticamente nulo en las condiciones preferidas de realización de la invención.

- conversión prácticamente total del ácido clorhídrico.

20 El procedimiento según la invención consiste esencialmente en realizar la oxidación del ácido clorhídrico por una mezcla de ácido nítrico y de ácido fuerte poco volátil que permita obtener soluciones acuosas concentradas de gran acidez. Como ejemplos de tales ácidos pueden dárse el ácido perclórico y el sulfúrico, siendo preferido sin embargo este último en razón a su mayor estabilidad y superior concentración en iones hidrógeno.

25 El ácido clorhídrico puede utilizarse en forma de solución acuosa de concentración relativamente elevada y preferentemente superior al 20%. Sin embargo, el modo de realización preferido de la invención, que permite obtener el máximo de ventajas del procedimiento y especialmente las velocidades de reacción más elevadas y una formación reducida de cloruro de nitrosilo, consiste en utilizar 30 ácido clorhídrico gaseoso.

259934



5

10

15

20

25

30

La mezcla de ácido nítrico y de ácido fuerte puede a su vez contener cierta proporción de agua, como máximo igual al 30% por peso de esta mezcla. Es sin embargo mas ventajoso no utilizar una cantidad de agua tan importante, obteniéndose buenos resultados con mezclas oxidantes que contengan, por peso, del 10 al 40% de ácido nítrico, del 45 al 90% de ácido fuerte y del 5 al 25% de agua, aunque los valores preferidos se hallen comprendidos entre el 15 y el 30% de ácido nítrico, entre el 60 y el 75% de ácido fuerte y entre el 10 y el 20% de agua, asegurando estos últimos valores la formación casi exclusiva de cloro y de peróxido de nitrógeno.

Un modo de realización de la invención consiste en poner en contacto el ácido clorhídrico y la mezcla oxidante durante un tiempo suficiente para que la mayor parte, y preferentemente el 95% por lo menos, del ácido clorhídrico sea transformada. En la mayoría de los casos, no obstante, la proporción de conversión del ácido clorhídrico alcanza o rebasa el 99% con una velocidad de reacción satisfactoria.

Cualquier aparato que permita obtener un buen contacto entre los reactivos puede utilizarse, no limitándose la invención a un modo de realización particular en este aspecto. A título de ejemplos no limitativos, podrían utilizarse especialmente uno o varios reactores provistos o no de agitadores y comprendiendo eventualmente diversos dispositivos destinados a mejorar el contacto entre los reactivos, por ejemplo laberintos, perforaciones, platillos, anillos Raschig u otros dispositivos análogos. Estos reactores estarán constituidos por materiales resistentes a la acción de los reactivos, por ejemplo acero vitrificado, vidrio, cerámica, aleación de níquel, hierro silicio, titanio o aleación de titanio, tantalio, etc.

En estos reactores podrá realizarse el procedimiento de manera continua o discontinua, circulando los reactivos en el primer



259934

caso en corrientes paralelas o a contracorriente, o también manteniéndose uno de los reactivos, por ejemplo la mezcla oxidante, con concentración estacionaria y siendo atravesado por una corriente del segundo reactivo, por ejemplo el ácido clorhídrico.

5 La realización continua y a contracorriente del procedimiento según la invención es sin embargo preferida a los otros modos de realización y especialmente al procedimiento consistente en hacer pasar el ácido clorhídrico a un baño de mezcla oxidante renovado periódicamente. En efecto, en este último caso, la mezcla oxidante
10 se empobrece progresivamente y no permite ya, después de un breve período de utilización, evitar la formación de cloruro de nitrosilo. Por el contrario, en el modo de realización continuo y a contracorriente, suponiendo que se forme cloruro de nitrosilo en la zona del reactor por donde se introduce el ácido clorhídrico y donde este
15 último encuentra la mezcla oxidante agotada, este cloruro de nitrosilo se halla descompuesto en cloro y peróxido de nitrógeno en el curso de su progresión en el reactor, donde encuentra una mezcla oxidante cada vez más concentrada.

20 Cualquiera que sea el dispositivo utilizado, la mezcla oxidante puede utilizarse de nuevo después de la adición de ácido nítrico y la separación del agua formada en el curso de la reacción.

El procedimiento puede ponerse en práctica a una temperatura moderada, comprendida por ejemplo entre 0°C y la temperatura del comienzo de la destilación de la mezcla de ácido nítrico y de
25 ácido mineral fuerte utilizada como mezcla oxidante, siendo esta temperatura generalmente próxima a 120°C en el caso de realización a la presión atmosférica y pudiendo determinarse fácilmente por un simple ensayo previo. Será sin embargo, ventajoso evitar las temperaturas inferiores a 30°C, situándose las temperaturas más favorables entre
30 40 y 80°C y representando las condiciones preferidas de realización

25 9934



de la invención, dado que no hay ventaja alguna en operar a temperaturas demasiado bajas, en cuyo caso la velocidad de la reacción puede ser demasiado escasa y el arrastre de peróxido de nitrógeno insuficiente, ni a temperaturas demasiado elevadas, debido al incremento de los fenómenos de corrosión, agravados más aún por el posible arrastre de vapor de agua y a la intervención de reacciones secundarias indeseables.

El empleo de una presión distinta a la atmosférica no es generalmente necesaria, a menos que se desee por ejemplo favorecer el desprendimiento del peróxido de nitrógeno disminuyendo la presión, o incrementar la producción de la instalación utilizando el ácido clorhídrico a presión.

La mezcla de los productos gaseosos que sale del reactor, compuesta esencialmente de cloro y peróxido de nitrógeno, es sometida a un tratamiento de fraccionamiento destinado a separar estos compuestos. Pueden considerarse diversos modos de realización, sin que el procedimiento se limite a ninguno de ellos. Es posible, por ejemplo, recurrir a una destilación fraccionada de la mezcla, permitiendo recoger cloro en la cabeza de la columna, o también a una absorción selectiva por disolvente de uno de sus componentes, por ejemplo una absorción del peróxido de nitrógeno en el ácido sulfúrico de concentración por lo menos igual al 60% y preferentemente comprendida entre el 75 y el 85%. En este último caso, el peróxido de nitrógeno puede ser liberado del ácido sulfúrico en forma de una mezcla de ácido nítrico y de óxidos de nitrógeno, por calentamiento de la solución a una temperatura superior a 100°C y preferentemente próxima a 120-150°C cuando se opera a la presión atmosférica, pudiendo facilitarse esta separación por arrastre del peróxido de nitrógeno mediante aire o un gas inerte.

El peróxido de nitrógeno o las mezclas de derivados oxigenados del nitrógeno así obtenidas pueden tratarse seguidamente, en

25 9934



5 fase líquida o gaseosa, con oxígeno o con un gas que contenga este elemento, tal como el aire, en presencia de agua, de una solución diluída de ácido nítrico o incluso de la mezcla oxidante empobrecida en ácido nítrico, que sale del reactor. Es sin embar-
go preferible someter en primer lugar esta última mezcla a una des-
10 tilación fraccionada que permita recoger en la cabeza ácido nítri-
co y agua, que son enviados a la unidad de conversión de los óxi-
dos de nitrógeno, y en el fondo de la cubeta ácido sulfúrico di-
luido, pudiendo este último ser sometido seguidamente a una desti-
lación destinada a eliminar por lo menos una parte del agua que
15 contenía y preferentemente, en un procedimiento contínuo, una can-
tidad de agua sensiblemente igual a la formada en el curso de la
reacción.

15 Según otro modo de realización, el ácido sulfúrico que ha disuelto el peróxido de nitrógeno formado en el curso de la reacción, puede añadirse a la mezcla oxidante, ya sea antes o después del paso de ésta última a través del reactor de oxidación del ácido clorhídrico. El peróxido de nitrógeno se desprende entonces ~~al~~ mismo tiempo que el ácido nítrico en la unidad citada
20 de destilación de este último compuesto.

Podría igualmente utilizarse cualquier otro procedi-
miento de conversión del peróxido de nitrógeno en ácido nítrico
y de concentración de la solución oxidante, sin apartarse del te-
rreno de la invención.

25 Es también posible obtener una mezcla oxidante de composición sensiblemente idéntica a la de la mezcla utilizada inicialmente, siendo regenerado el ácido nítrico consumido en el curso de la reacción por oxidación del peróxido de nitrógeno for-
30 mado. Se puede sin embargo introducir una pequeña cantidad suple-
mentaria de ácido sulfúrico o de ácido nítrico destinada a compen-

259934



sar las pérdidas operativas que, sin embargo, resultan particularmente escasas.

5 La figura adjunta representa un modo de realización particular del procedimiento de la presente invención, que en modo alguno limita la extensión real de ésta. El dispositivo utilizado, que permite operar de modo continuo, comprende un reactor tubular 1, en el que el ácido clorhídrico gaseoso que llega por la canalización 2 encuentra a contracorriente una mezcla de ácido mineral fuerte, tal como ácido sulfúrico y ácido nítrico, que llegan respectivamente por las canalizaciones 3 y 4. El efluente gaseoso, compuesto esencialmente de cloro y de peróxido de nitrógeno, es conducido por la canalización 5 a la columna de fraccionamiento 6, mantenida a una temperatura inferior a la de ebullición del peróxido de nitrógeno, pero superior a la del cloro, bajo la presión utilizada. En la cabeza de la columna se recoge el cloro (canalización 7) que puede, facultativamente, someterse a tratamientos de lavado suplementarios, evacuándose el peróxido de nitrógeno líquido por la canalización 8 al reactor 9.

10 El efluente líquido del reactor 1 sale por la canalización 10 a la columna de fraccionamiento 11, mantenida a una temperatura tal que se recoge en la cabeza por lo menos la mayor parte del ácido nítrico presente en la mezcla, así como cierta cantidad de agua, pasando el residuo líquido de destilación por la canalización 12 a la columna de fraccionamiento 13 en la cabeza de la cual se recoge una nueva cantidad de agua, regresando el ácido mineral concentrado al reactor 1 por la canalización 3.

20 En el reactor 9, el peróxido de nitrógeno que llega por la canalización 8 es tratado por una corriente de oxígeno o de aire que llega por la canalización 15 y por el ácido nítrico diluido, obtenido por condensación de los vapores salidos de la

25

30



259934

columna 11 y que llega por la canalización 14. El ácido nítrico con centrado obtenido regresa por la canalización 4 al reactor 1, mientras que los gases agotados son eliminados por la canalización 16.

5 Un perfeccionamiento importante en el procedimiento anteriormente descrito y cuyo empleo constituye un modo de realización preferido del mismo, consiste en poner las aguas madres, después de su paso a la zona de reacción donde han encontrado al ácido clorhídrico, a una temperatura superior a la que reina en el reactor, en ausencia de toda adición de ácido clorhídrico, permitiendo este tratamiento eliminar de manera casi completa el cloro o
10 sus compuestos disueltos en las aguas madres, demostrándose esta eliminación por la ausencia de reacción entre las aguas madres y una solución acuosa de nitrato de plata.

15 No es sin embargo, generalmente ventajoso poner las aguas madres a una excesiva temperatura, constituyendo la temperatura del comienzo de destilación de aquellas generalmente un máximo que no es conveniente rebasar, so pena de estar obligado al reciclo del destilado en el reactor de oxidación del ácido clorhídrico, sin que de ello resulte una mejora significativa en la reducción del contenido de las aguas madres en compuestos clorados. A
20 lo sumo se puede considerar la destilación de una escasa fracción de estas aguas madres, por ejemplo inferior al 20% y preferentemente al 1%, que se vuelve a enviar al reactor principal.

25 Por otra parte, no es necesario utilizar para la operación de desgasificación un reactor distinto al reactor principal, pudiendo ser afectada con este uso la parte inferior de este último reactor, situada por debajo de la canalización de llegada del ácido clorhídrico, poniéndola a una temperatura superior a la de la zona reactiva. Los ejemplos siguientes, ofrecidos a título no limitativo,
30 ilustran la puesta en práctica del procedimiento de la presen

25 9934



te invención.

EJEMPLO 1

Este ejemplo ilustra la realización continua del procedimiento de la presente invención, utilizando ácido sulfúrico como ácido mineral fuerte.

El reactor 1 anteriormente descrito, de una capacidad de 0,8 litro, mantenido a la temperatura de 60°C, es alimentado continuamente en ácido nítrico al 49% y ácido sulfúrico al 96%, cuya mezcla oxidante así realizada, que tiene una composición por peso de un 16,8% de NO_3H , un 63,2% de SO_4H_2 y un 20% de H_2O , atraviesa el reactor a razón de 0,453 l/h. Esta mezcla encuentra a contracorriente ácido clorhídrico gaseoso cuyo caudal alcanza a 37 l/h, en las condiciones normales de temperatura y presión.

La proporción de conversión del ácido clorhídrico es superior al 99% y se recoge una mezcla de cloro y de peróxido de nitrógeno gaseoso que no contiene cloruro de nitrosilo y que se destila en la columna 6. Se recogen así 57,5 g/h de cloro gaseoso y 40 g/h de peróxido de nitrógeno líquido.

La mezcla oxidante líquida que sale del reactor 1, teniendo disuelta una fracción del peróxido de nitrógeno formado (35 g/h), es enviada a las dos columnas de fraccionamiento 11 y 13, de las que la primera está constituida por un material resistente a la corrosión provocada por las mezclas de los ácidos nítrico y clorhídrico en razón a la presencia en las aguas madres de una escasa cantidad de compuestos clorados correspondiente aproximadamente a 0,5 g/h de cloro.

El recuperado ácido nítrico diluido, que contiene vestigios de cloro, es tratado por el peróxido de nitrógeno y el aire en el reactor 6, ya sea a la presión atmosférica, siendo por ejemplo el peróxido de nitrógeno gaseoso, ya sea a una presión superior, siendo



entonces utilizado el peróxido de nitrógeno ventajosamente en estado líquido. El ácido nítrico al 49% obtenido, así como el ácido sulfúrico al 96%, obtenido a la salida de la segunda columna de fraccionamiento, son sometidos a reciclaje en el reactor 1.

5

EJEMPLO 2

Este ejemplo se refiere a la realización en forma discontinua del procedimiento de la invención y muestra la considerable mejora del rendimiento de oxidación del ácido clorhídrico obtenida por adición de ácido mineral fuerte al ácido nítrico, utilizado como agente de oxidación.

10

Calentando a 60°C una mezcla de 220 cm³ de ácido nítrico 8,15 N y 80 cm³ de ácido clorhídrico 12 N, se obtiene en 45 minutos 1 gramo de productos gaseosos (cloro, derivados oxigenales del nitrógeno y cloruro de nitrosilo).

15

Sustituyendo en la mezcla precedente 50 cm³ de ácido nítrico por 50 cm³ de ácido perclórico 10 N, se obtienen en 45 minutos 17,37 g de productos gaseosos.

20

Igualmente, sustituyendo en la mezcla inicial 50 cm³ de ácido nítrico por 50 cm³ de ácido sulfúrico 35 N, se obtienen 22,2 g de gas en 32 minutos.

EJEMPLO 3

Se repite el ejemplo 1 sustituyendo el reactor sin rellenar por un reactor de igual capacidad, provisto de anillos Raschig.

25

En estas condiciones, se recoge una mezcla gaseosa cuya destilación proporciona 57,8 g/h de cloro y 70 g/h de peróxido de nitrógeno.

30

El contenido de las aguas madres en compuestos clorados es la misma que en el ejemplo 1. Su contenido en peróxido de nitrógeno corresponde a 3 g/h.



EJEMPLO 4

5 Se repite el ejemplo 3, sustituyendo la mezcla oxidante descrita en el mismo por una mezcla cuya composición por peso es del 21% de NO_3H , el 65% de SO_4H_2 y el 14% de H_2O , utilizada en las mismas proporciones.

El rendimiento en cloro y peróxido de nitrógeno no es modificado de manera apreciable por esta sustitución.

EJEMPLO 5

10 Se repite el ejemplo 3 sustituyendo la mezcla oxidante descrita en el mismo por la de un 16% de NO_3H , un 71% de SO_4H_2 y un 13% de H_2O , utilizada a razón de 0,6 litro/hora.

El rendimiento en cloro y peróxido de nitrógeno no es modificado de manera apreciable por esta sustitución.

EJEMPLO 6

15 Se repite el ejemplo 1 sustituyendo la mezcla oxidante en él descrita por la de un 20,7% de NO_3H , un 54,3% de SO_4H_2 y un 25% de H_2O , utilizada en las mismas proporciones.

20 En estas condiciones se recoge, a razón de 92,1 g/h, un efluente gaseoso cuya composición volumétrica es la siguiente: 50,8% de Cl_2 , 46% de NO_2 y 3,2% de NOCl .

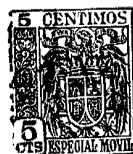
Esta mezcla es absorbida en el ácido sulfúrico al 80% y el efluente gaseoso es lavado con agua para eliminar del mismo los vestigios de ácido clorhídrico formados por reacción entre el cloruro de nitrosilo y el ácido sulfúrico.

25 Se recogen así 55,5 g/h de cloro.

Los compuestos nitrados son seguidamente liberados del ácido sulfúrico por calentamiento progresivo de éste último hasta la temperatura de 225°C.

30 Este ejemplo demuestra que si la composición de la mezcla oxidante se aparta sensiblemente de la composición preferida

259934



retenida según la invención, no es posible evitar la formación de cloruro de nitrosilo cuya presencia se traduce en una pérdida de cloro, a menos que se pongan en práctica técnicas más complejas de fraccionamiento, y en una agravación sensible de los fenómenos de corrosión.

5

EJEMPLO 7

Este ejemplo está destinado a demostrar que el empleo de una mezcla oxidante que no corresponda a las condiciones generales de la patente no permite obtener una mezcla gaseosa compuesta casi exclusivamente de cloro y de peróxido de nitrógeno.

10

Se repite el ejemplo 1 con una mezcla oxidante cuya composición por peso es de un 26,7% de NO_3H , un 42,3% de SO_4H_2 y un 31% de H_2O .

15

La proporción de conversión del ácido clorhídrico gaseoso, utilizado a razón de 37 l/h, alcanza el 98,5% y se recoge una mezcla gaseosa cuya composición volumétrica corresponde al 50% de cloro, el 34,9% de peróxido de nitrógeno y el 15,1% de cloruro de nitrosilo.

EJEMPLO 8

20

Este ejemplo tiene el mismo objeto que el precedente.

Se repite el ejemplo 1 con una mezcla oxidante cuya composición por peso es del 36,7% de NO_3H , el 28,6% de SO_4H_2 y el 34,7% de H_2O .

25

La proporción de conversión del ácido clorhídrico, utilizado a razón de 37 l/h, alcanza al 99% y se recoge una mezcla gaseosa cuya composición volumétrica corresponde al 47,5% de cloro, el 16% de peróxido de nitrógeno y el 32,6% de cloruro de nitrosilo.

EJEMPLO 9

30

Se repite el ejemplo 3, haciendo sin embargo fluir a las aguas madres que salen del reactor a una columna provista de anillos



25 9934

Raschig, mantenida a una temperatura suficiente para poner el líquido a 123°C, hallándose unida la parte superior de la columna al reactor de oxidación por una canalización calorifugada que desemboca a media altura de este último.

5 En estas condiciones, el cloro vuelve a hallarse enteramente en el efluente gaseoso, siendo completamente despojadas las aguas madres del cloro y de los compuestos halogenados que contenían (ausencia de reacción con el nitrato de plata).

10 Hecha la descripción precedente hemos de añadir que los detalles de realización de la idea expuesta pueden variar, sin que por ello cambie la esencia de la invención, que es la que se desprende de los párrafos anteriores, y la que se reivindica en la siguiente

N O T A

15 En resumen: la Patente de invención cuyo registro se solicita recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:

20 1. Procedimiento de fabricación del cloro por oxidación del ácido clorhídrico, caracterizado porque consiste en poner en contacto el ácido clorhídrico con una mezcla oxidante constituida por ácido nítrico, un ácido mineral fuerte y agua, siendo la proporción por peso de ésta última en la mezcla oxidante inferior al 30%, aislar de la mezcla oxidante la fase gaseosa constituida por lo menos en su mayor parte por peróxido de nitrógeno y cloro, y separar éstos últimos.

25 2. Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque el ácido clorhídrico es utilizado en forma de solución acuosa de una concentración por lo menos igual al 20%.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido clorhídrico es utilizado en forma gaseosa.

30 4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracteriza-

25 9934



do porque el contacto entre el ácido clorhídrico gaseoso y la mezcla oxidante se realiza a contracorriente.

5 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la mezcla oxidante contiene del 10 al 40% de ácido nítrico, del 45 al 90% de ácido fuerte y del 5 al 25% de agua.

6. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la mezcla oxidante contiene del 15 al 30% de ácido nítrico, del 60 al 75% de ácido fuerte y del 10 al 20% de agua.

10 7. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el contacto entre los reactivos se mantiene hasta la conversión del 95% por lo menos del ácido clorhídrico.

8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el ácido fuerte es el ácido sulfúrico.

15 9. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el ácido fuerte es el ácido perclórico.

10. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la temperatura se halla comprendida entre 30°C y la del comienzo de la destilación de la mezcla oxidante.

20 11. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la temperatura se halla comprendida entre 0°C y la del comienzo de destilación de la mezcla oxidante.

12. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque la temperatura se halla comprendida entre 40 y 80°C.

25 13. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque los gases resultantes son fraccionados por destilación.

14. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque los gases resultantes son fraccionados por absorción del peróxido de nitrógeno en el ácido sulfúrico.

30 15. Procedimiento según reivindicación 14, caracterizado

25 993 46



porque la concentración del ácido sulfúrico es por lo menos igual al 60%.

5 16. Procedimiento según reivindicaciones 14 y 15, caracterizado porque el peróxido de nitrógeno es separado del ácido sulfúrico por calentamiento de éste último a una temperatura superior a 100°C.

17. Procedimiento según reivindicaciones 14 y 15, caracterizado porque la solución de peróxido de nitrógeno en el ácido sulfúrico es adicionada a la mezcla oxidante.

10 18. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque la mezcla oxidante separada de los gases es concentrada por destilación de una fracción por lo menos del agua y del ácido nítrico que contiene.

15 19. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 18, caracterizado porque los compuestos nitrados separados del ácido sulfúrico son adicionados al peróxido de nitrógeno separado del cloro y la mezcla resultante es sometida a un tratamiento de oxidación por aire que permite regenerar el ácido nítrico, utilizado, en asociación con el ácido sulfúrico, como agente ^{de} oxidación del ácido clorhídrico.

20 20. Procedimiento según reivindicaciones 1 a 19, caracterizado porque la mezcla oxidante separada de los gases es puesta, antes de someterla al primer tratamiento de concentración, a una temperatura comprendida entre la que reina en la zona de contacto entre el ácido clorhídrico y la mezcla oxidante, y la temperatura de destilación de una cantidad sustancial de esta última mezcla, después de su separación de la referida zona.

25 21. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención cuyo registro se solicita: "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DEL CLORO POR OXIDACION DEL ACI-

30



25 9934

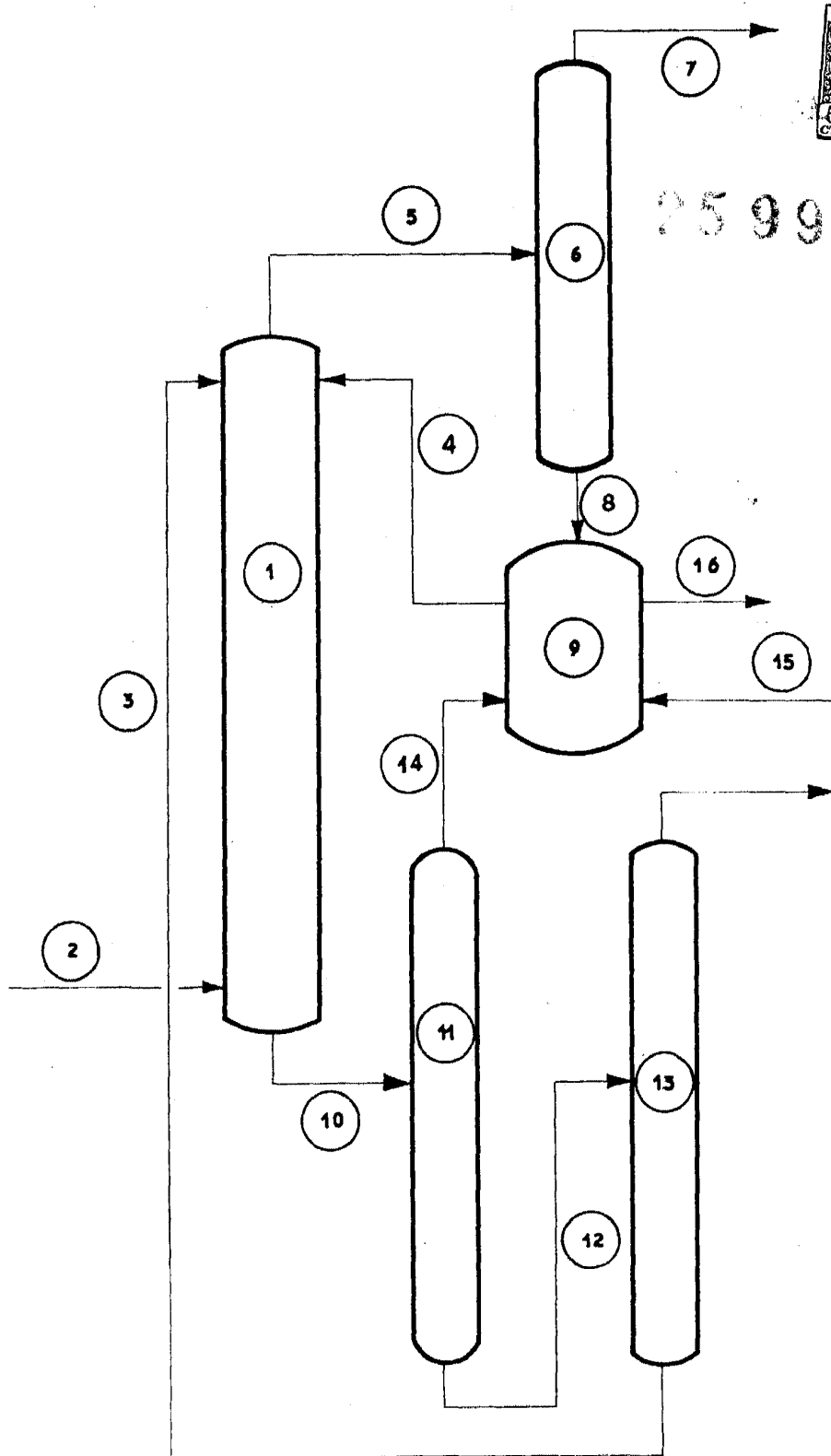
DO CLORHIDRICO".

Todo conforme queda descrito en la presente memoria que consta de diecisiete páginas escritas a máquina y dibujo adjunto.

5

Madrid, 27 julio 1.960

ALFONSO UNGRIA



25 9934