

4 ABR. 1964

P.- 26.172

A 75 604
Case 3419-File B-120
(CH) ICB (LJR)



296389

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

formulada el 13 de Febrero de 1.964, con el Nº. 296.389

e n

E S P A Ñ A

por DIEZ años

a nombre de PITTSBURGH PLATE GLASS COMPANY, entidad nortea-
mericana, establecida en One Gateway Center, Pittsburgh,
Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN METODO DE PREPARAR PERCLOROETILENO"

La presente invención se refiere a la produc-
ción de hidrocarburos clorados. Más en particular, la pre-
sente invención está relacionada con la producción de per-
cloroetileno y tricloroetileno por procesos que implican
procedimientos de cloración del tipo Deacon modificado.

5

Las cloraciones del tipo Deacon modificado u
(oxiclорaciones) como se las denomina en la práctica, son
reacciones de beneficio en fábricas químicas modernas que
emprenden procesos de cloración en gran escala. Su parte
atractiva se debe al hecho de que utilizan con eficacia

10



5
10
15
20
25
30

ClH originado como subproducto a partir de procedimientos de cloración convencionales, térmicos o catalíticos. Las reacciones de oxiclación, tal como se las denomina en esta memoria descriptiva y en el capítulo de reivindicaciones, se refieren a procesos en los que cloruro de hidrógeno gaseoso y un gas portador de oxígeno, como el aire, y el hidrocarburo o clorohidrocarburo a clorar se ponen en contacto con un catalizador de oxiclación de haluro metálico. En estas reacciones se consume ClH y se clora la alimentación orgánica. En otra modificación de estos procedimientos, puede utilizarse cloro elemental como gas alimentador en lugar de cloruro de hidrógeno gaseoso. Estos últimos procedimientos operan de forma similar al primero, a excepción hecha de que tiene lugar una cloración inicial del hidrocarburo o clorohidrocarburo. Así, cloro elemental, un gas portador de oxígeno y el hidrocarburo o clorohidrocarburo a clorar se ponen en contacto con el catalizador de haluro metálico. El cloro reacciona con el hidrocarburo o clorohidrocarburo, produciendo cloruro de hidrógeno y un producto clorado del hidrocarburo y/o clorohidrocarburo. El cloruro de hidrógeno producido de esta forma se consume y su parte de cloro se utiliza en clorar más el hidrocarburo y/o clorohidrocarburo presente en la zona de reacción.

25
30

Pueden producirse muchos haluros alquílicos recurriendo a reacciones de tipo Deacon modificado u oxiclaciones, según se describe anteriormente. Así, es posible clorar 1,2-dicloroetano utilizando procedimientos de oxiclación y produciendo percloroetileno. En este procedimiento, simultáneamente con la producción de percloro-



tileno, se produce también el producto tricloroetileno. En la oxicloración de 1,2-dicloroetano utilizando ClH y un gas portador de oxígeno, puede obtenerse de forma efectiva producto de percloroetileno, si bien se experimentan algunos efectos contraproducentes. Durante la oxicloración de 1,2-dicloroetano, cuando se emplea cloro como agente clorante en lugar de ClH, pueden surgir algunas dificultades en el control de las temperaturas de reacción y del aprovechamiento de los materiales alimentados del clorohidrocarburo y del cloro.

Así, generalmente, en la oxicloración del 1,2-dicloroetano en la que el 1,2-dicloroetano, un gas portador de oxígeno y un agente clorante como ClH ó Cl₂ se hacen reaccionar en presencia de un catalizador de oxicloración de haluro metálico, se obtiene percloroetileno, pero a menudo se tienen ciertos resultados perjudiciales. Así, frecuentemente, grandes cantidades del material suministrador de alimentación orgánico se oxidan o queman de ese modo, lo que da por resultado una pérdida grave de productividad. Las reacciones son muy a menudo difíciles de controlar, especialmente cuando se emplea cloro como fuente clorante. En ambos casos, los rendimientos del producto están muy lejos de ser favorables y en las reacciones en que las temperaturas son difíciles de controlar, las pérdidas de catalizador son muy elevadas. Cualquier pérdida en actividad del catalizador o de los activos catalizadores (haluros metálicos) del soporte catalizador debida a la migración de la zona de reacción, contribuye, naturalmente, en gran parte a la inconveniencia del procedimiento, puesto que los gastos de catalizador representan una

296389



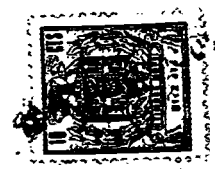
inversión importante en tal procedimiento.

Se ha descubierto, de acuerdo con esta invención, que puede hacerse reaccionar 1,2-dicloroetano en un procedimiento de cloración que implique una oxiclорación para producir percloroetileno y tricloroetileno con rendimientos satisfactorios. Además de conseguir rendimientos elevados del producto de percloroetileno y tricloroetileno, se experimenta un buen aprovechamiento de los materiales alimentados orgánico y clorantes. Las reacciones son tales que el control de la temperatura se realiza fácilmente y se obtiene también fácilmente una vida larga del catalizador. Además, la oxidación y/o la combustión del material alimentado orgánico se reduce a un mínimo, contribuyendo con ello a la economía global del procedimiento.

De acuerdo con esta invención, el percloroetileno no se prepara poniendo en contacto 1,2-dicloroetano con cloro elemental en una cantidad substancial, pero inferior a 1,5 moles de cloro por mol de 1,2-dicloroetano suministrado. El 1,2-dicloroetano y el cloro elemental se introducen en la zona de reacción a una temperatura elevada y se mantienen en la zona de reacción durante un período de tiempo suficiente para lograr que se verifique una reacción entre el 1,2-dicloroetano y el cloro. Se introduce oxígeno en la mezcla de reacción resultante y la mezcla formada que contiene oxígeno se pone en contacto con un catalizador de oxiclорación de haluro metálico a temperatura elevada para producir percloroetileno a partir de ella.

Al efectuar el paso inicial de cloración de acuerdo con esta invención, el cloro elemental se pone en

296389

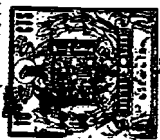


contacto con 1,2-dicloroetano, preferiblemente en una pro
porción de mol a mol. Así, normalmente se suministra un
mol de cloro elemental a la reacción de cloración inicial
por cada mol de 1,2-dicloroetano introducida en ella. Si
5 se desea, pueden emplearse excesos sobre la cantidad pre-
ferida de cloro en la zona de reacción inicial. Se contro
la el cloro en exceso para el conjunto de la reacción pa-
ra mantener una relación de cloro tal que menos de 1,5 mo
les de cloro sean introducidos en la reacción total por
10 cada mol de 1,2-dicloroetano suministrado. Si se desea, pue
de mantenerse un suministro de cloro que sea considerable
mente inferior a la proporción de mol-a-mol preferida.
Así, si se desea, puede suministrarse una cantidad tan pe
queña como un cuarto (1/4) de mol de cloro, o menos, por
15 cada mol de 1,2-dicloroetano suministrado a la reacción.

El término "gas portador de oxígeno" tal como
se utiliza en esta memoria descriptiva y en el capítulo
de reivindicaciones se refiere a oxígeno o a cualquier
mezcla de gases no reactivos bajo las condiciones del pro
20 ceso y que contienen oxígeno elemental. Así, aire enrique
cido de oxígeno, oxígeno o aire mezclado con gases o vapo
res inertes, o mezclas de oxígeno, aire y gases o vapores
inertes pueden utilizarse convenientemente de acuerdo con
las enseñanzas de la presente invención. En la forma de
25 operar preferida, se emplea convenientemente oxígeno ele-
mental como gas portador de oxígeno.

La cantidad de oxígeno empleada puede variarse
considerablemente, pero generalmente se mantiene dentro
de un intervalo tal que por cada mol de 1,2-dicloroetano
30 suministrado a la zona de reacción se emplee un mol de

296389



oxígeno en la etapa de oxícloración. Aunque generalmente se mantiene una cantidad equimolar de oxígeno y 1,2-dicloroetano, es posible, naturalmente, variarla considerablemente. Si se desea, pueden emplearse tan poco como 0,25 moles de oxígeno por cada mol de 1,2-dicloroetano suministrado a la zona de reacción. Análogamente, puede utilizarse oxígeno en exceso, si bien debe evitarse un exceso superior a 5 moles de oxígeno por cada mol de 1,2-dicloroetano. El oxígeno que exceda a la cantidad molar 5 da por resultado efectos contraproducentes tales como una oxidación excesiva de los clorohidrocarburos presentes. Por lo general, el suministro de oxígeno se regula de forma que se tengan de 0,5 a 2 moles de oxígeno por cada mol de 1,2-dicloroetano empleado.

Las temperaturas en el proceso de la presente invención, si bien son considerablemente variables en las etapas individuales, se mantienen convenientemente dentro de ciertos límites. Así, en la reacción inicial entre 1,2-dicloroetano y cloro, la temperatura se mantiene generalmente dentro de un intervalo de, aproximadamente, 340 a 450°C. La temperatura de operación preferida en esta zona está generalmente dentro del intervalo de 370 a 440°C. La reacción de oxícloración que tiene lugar en presencia del catalizador de oxícloración de haluro metálico se mantiene a una temperatura comprendida entre 380 y 510°C. Un intervalo preferible de temperatura de operación es de 420 a 450°C. Con respecto a la zona de oxícloración, el aprovechamiento de los materiales alimentados aumenta considerablemente a las temperaturas más elevadas, si bien a temperaturas superiores puede ocurrir una combustión con-



siderable de clorohidrocarburos. Sin embargo, una consideración importante en la etapa de oxiclорación es que la oxiclорación sea llevada a cabo a una temperatura superior a 380°C...

5 Al igual que con la temperatura, los tiempos de contacto para los materiales reactivos en las diversas etapas de los procedimientos de cloración aquí bosquejados dependen en parte de la reacción particular que está teniendo lugar. Así, en la zona de cloración, es decir, 10 en la zona donde se hace el contacto entre el cloro y el 1,2-dicloroetano, los tiempos de contacto se mantienen preferiblemente en un intervalo bajo, o sea, en un intervalo de 0,25 a 20 segundos. Es preferible que el tiempo de contacto en la zona de cloración se mantenga aproximadamente 15 entre 2 y 5 segundos. Han de evitarse, por lo general, tiempos de contacto por encima del límite superior del intervalo prescrito.

 Durante la reacción de oxiclорación, los tiempos de contacto se regulan de forma que los gases reacc- 20 tantes se mantengan dentro de la zona de reacción durante un período de 4 a 25 segundos o mayor. Así, durante la reacción de oxiclорación, pueden emplearse tiempos de contacto considerablemente superiores a 20 segundos, si se desea. Hablando en términos generales, lo que pretende 25 es un tiempo de contacto lo más corto posible que todavía dé un aprovechamiento eficaz de los materiales alimenta- dos de oxígeno y de la parte orgánica, que reaccionan en la etapa de oxiclорación. Es preferible que la reacción de oxiclорación se efectúe en un intervalo comprendido en 30 tre 5 y 12 segundos.

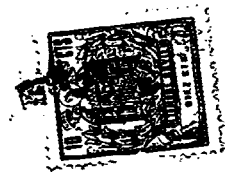
296389



Durante el transcurso de este proceso, es de considerable importancia el control de la reacción que tiene lugar en la etapa de cloración. La reacción se controla mediante una variedad de mecanismos o la regulación de cualquiera de los diversos mecanismos. Generalmente, la reacción que tiene lugar en esta zona se controla hasta el punto que se aproveche al menos el 90 por ciento de la cantidad molar de cloro introducido en la etapa o zona de cloración y salga de la zona como un producto de cloración. Los productos de cloración que salen de esta zona o etapa son hidrocarburos clorados y ClH. Así, los gases de reacción que salen de la zona de cloración se mantienen generalmente controlando la reacción de cloración que tiene lugar en la misma, de forma que menos del 5 por ciento de los gases de reacción separados de ella estén presentes como cloro elemental. Preferiblemente, la reacción que tiene lugar en la zona o etapa de cloración se controla de forma que los gases de reacción procedentes o separados de la zona contengan menos del 3 por ciento de cloro elemental en volumen.

Con el fin de llevar a cabo este control, los tiempos de contacto, las temperaturas y las alimentaciones a la reacción de los componentes se ajustan para que proporcionen el contenido de cloro del flujo de salida indicado anteriormente. En general, tiempos mayores de contacto en la zona de reacción tienden a utilizar más cloro. Análogamente, temperaturas más elevadas favorecen las cloraciones de sustitución que se efectúan en la zona inicial de cloración. Aún más, generalmente es preferible reducir la cantidad de cloro alimentado a la zona por debajo

296389



de cualquier cantidad en exceso sobre la proporción molar preferida de uno-a-uno de cloro a 1,2-dicloroetano.

5 Así, a título de ejemplo, en caso de que los gases de reacción procedentes de la zona de cloración contengan una cantidad excesiva de cloro, puede conseguirse la concentración deseada de cloro bien ajustando la cantidad de cloro alimentada a la zona de reacción por cada mol de 1,2-dicloroetano alimentado para proporcionar menos cloro, o bien alimentando más 1,2-dicloroetano para la cantidad de cloro que ya está siendo alimentado, de forma que la proporción molar de uno-a-uno sea superada por la alimentación orgánica. De todas formas, utilizando las proposiciones generales de que tiempos de contacto mayores y temperaturas más elevadas, junto con elevadas concentraciones de cloro, favorecen la magnitud de las cloraciones, una persona experta puede ajustar fácilmente estas condiciones diversas, de forma única o en combinación para disponer una reacción en la zona de cloración que produzca una mezcla que contenga cloro elemental dentro del intervalo deseado.

15 Las reacciones que tienen lugar de acuerdo con la invención presente pueden realizarse operando con lecho fijo o lecho flúido, o con cualquier combinación de lechos fijos y flúidos, según se desee. En general el tipo particular de reacción empleado es, en gran parte, materia de elección, puesto que ambas operaciones de lecho fijado y flúido se han encontrado efectivas al utilizarlas con este procedimiento.

25 Puesto que se desprende considerable cantidad de calor en ambas reacciones de cloración y oxiclорación,

30 296389



debe preverse con cualquier reactor que se utilice la refrigeración de las reacciones o zonas de reacción y obtener un control de temperatura de estas reacciones o zonas. Este control se consigue fácilmente mediante un encamisado apropiado de los reactores, la pulverización de refrigerante dentro de las zonas de reacción, la inserción de serpentines en los lechos de reacción, el empleo de refrigerantes de bayoneta en los lechos de reacción o bien recurriendo a otros aparatos análogos intercambiadores de calor que puedan emplearse convenientemente. La utilización eficaz de dicho equipo de intercambio de calor lleva a cabo fácilmente el control deseado de temperatura de la reacción descrita.

El catalizador empleado para la oxícloración de los productos de la zona de cloración puede ser cualquier catalizador bien conocido de oxícloración o del tipo Deacon. Hablando en general, los catalizadores de este tipo son haluros metálicos, preferiblemente cloruros de un metal polivalente como cobre, hierro, cromo y otros. Estos haluros o cloruros metálicos pueden utilizarse sólo o combinados con otros haluros metálicos como cloruros de metal alcalino, cloruros de metal alcalinotérreo, catalizadores de cracking, como cloruro de cinc, o mezclas de los mismos. En general, cualquier catalizador efectivo de haluro metálico del tipo Deacon producirá de forma satisfactoria percloroetileno a partir de los productos alimentados a la zona de oxícloración. Un catalizador preferido para esta reacción es un catalizador mixto de cloruro de cobre, cloruro de cinc y cloruro cálcico. También se ha descubierto que un catalizador particularmente eficaz para es-



ta operación es un catalizador de cloruro de cobre y cloruro potásico. Preferiblemente el catalizador empleado ha de contener alguna cantidad de cloruro de cobre sobre él.

5 Las propiedades físicas particulares del soporte del catalizador empleado en la etapa de oxiclорación dependerá en parte de si la reacción tiene lugar o no en un lecho fijo o en uno flúido. Así, por razones evidentes, si se considera una operación de lecho flúido para la etapa de oxiclорación, se empleará un portador que permita un

10 alto aprovechamiento del material catalizador y una buena distribución del material catalítico sobre el mismo, con un mínimo de pérdidas por abrasión debidas al movimiento y a los contactos físicos de las partículas, que tienen lugar dentro del lecho de reacción. Con un lecho fijo, la

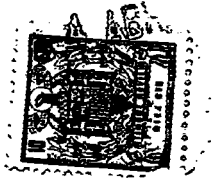
15 selección del portador puede ser un poco más general, puesto que la cualidad a la abrasión del portador no es de gran importancia en dicha operación. Operando con lecho fijo, es preferible operar el procedimiento, especialmente en la etapa de oxiclорación, en un reactor tubular que

20 tenga un diámetro interior comprendido entre 6 y 150 milímetros. Se ha visto que no es conveniente operar con lechos fijos de diámetro mayor que el límite de 150 milímetros, debido a la incapacidad relativa de los equipos disponibles en el comercio para alejar el calor de dicho

25 reactor. Es preferible operar con lecho flúido, puesto que el alejamiento del calor del mismo no es un problema tan grave como cuando se opera con lecho fijo, debido a las mejores características de transmisión de calor de las operaciones de lecho flúido.

30 Pueden emplearse una multitud de soportes del

296389



catalizador en la realización de las reacciones de oxicloración consideradas aquí, habiéndose utilizado materiales como sílice, alúmina, tierra de diatomeas, kieselguhr o tierra de infusorios, piedra pómez y materiales análogos.

5 Para una operación de lecho fijo, un material soporte particularmente eficaz es la Celite (Lompoc, diatomácea de California fabricada por la Johns-Manville Corporation). Se ha visto que este material, impregnado de un catalizador mixto de cloruro potásico y cloruro de cobre, es eficaz en la operación en lecho fijo. El mismo soporte im-

10 pregnado con un catalizador mixto de cloruro de cobre-cloruro de cinc-cloruro de calcio se ha encontrado también muy eficaz en la realización de la reacción de oxicloración considerada de acuerdo con esta invención. Un soporte particularmente eficaz para el catalizador mixto de

15 cloruro de cobre-cloruro potásico y/o el catalizador mixto de cloruro de cobre-cloruro de calcio-cloruro de cinc para la aplicación de lecho flúido es el producto Florex (tierra de batán de Florida con alto contenido de sílice fabricada por la Floridin Corporation).

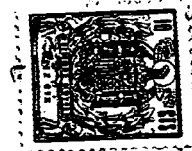
20

En el modo preferido de efectuar el procedimiento de la invención presente, la reacción de cloración que tiene lugar en la primera etapa o paso del procedimiento implica una cloración en fase de vapor a temperatura elevada. A pesar de que esto constituye un modo preferido de

25 operar, debe entenderse naturalmente que, si se desea, puede emplearse en la primera etapa una cloración catalítica en fase líquida a baja temperatura. En operaciones en que se lleve a cabo dicha cloración, es preferible vaporiz

30 zar los productos de reacción antes de llevar estos pro-

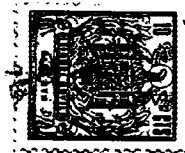
296389



ductos a la etapa de oxícloración. La reacción de oxícloración se realiza en la fase de vapor a temperaturas elevadas y es preferible al efectuar esta reacción que todos los materiales que entran en la zona de reacción estén en estado de vapor.

5 Al emprender una cloración con la primera etapa en fase de vapor, el 1,2-dicloroetano y el cloro se introducen preferiblemente en un reactor tubular que se calienta a la temperatura de reacción deseada. Preferiblemente el reactor tubular empleado para la cloración se rellena con un material inerte tal como anillos Rasching cerámicos, "silletas Berl", cuentas de vidrio, materiales soporte inertes de catálisis o cualquier otro material inerte a los reactantes que se introducen en la zona, pero que 10 tenga suficiente capacidad de transporte calorífico para comunicar rápidamente su calor contenido a los gases introducidos en el mismo. Si la etapa de cloración se lleva a cabo mediante operación de lecho fluido, se introducen naturalmente tan sólo los reactantes en un lecho fluidificado de materiales tales como partículas soporte sin im 20 preñar, arena y otros materiales análogos inertes que tengan una buena capacidad de transmisión calorífica.

Los productos procedentes de la etapa de oxícloración o de la zona de reacción están en la fase de vapor y contienen, además de los productos orgánicos clorados, 25 cantidades considerables de agua, junto con alguna cantidad de ClH , CO y CO_2 y, productos orgánicos y gases hidrocarburos indeseables. Generalmente, los productos orgánicos procedentes de tales reacciones son condensados y/o 30 absorbidos y, después de las etapas de purificación y se-



paración de agua, de acuerdo con las técnicas convenciona-
les, son separados entre sí por destilación fraccionada,
operaciones de absorción o desorción selectivas u otros
procedimientos de separación semejantes.

5 Para una comprensión más completa de la presen-
te invención, se hace referencia a los siguientes ejem-
plos que son ilustrativos de métodos que pueden emplearse
convenientemente para llevar a la práctica el procedimien-
to:

10 EJEMPLO I

En 200 mililitros de agua y a la temperatura am-
biente de 21°C se disolvieron ciento diez con ocho déci-
mas (110,8) gramos de cloruro de cobre $\text{Cl}_2\text{Cu}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 89 gra-
15 mos de cloruro de cinc Cl_2Zn y 955 gramos de cloruro de
cadmio Cl_2Cd . La disolución acuosa contenía, una vez com-
pletamente disueltas los cloruros, 0,65 moles de Cl_2Cu ,
0,65 moles de Cl_2Zn y 0,52 moles de Cl_2Cd . En un cubilete
rotatorio actuado eléctricamente se colocaron mil (1000)
20 mililitros de pastillas cilíndricas de Celite de 6 milí-
metros de diámetro y 6 milímetros, aproximadamente, de
longitud. Se accionó el cubilete y la disolución que con-
tenía el cloruro metálico se pulverizó sobre las pasti-
llas mientras giraban. Las pastillas, después de terminado
25 el mezclado, fueron secadas al aire en bandejas de coc-
ción colocadas en una estufa a 100°C.

EJEMPLO II

30 Como reactor de cloración se empleo un reactor
tubular de níquel de 38 milímetros de diámetro interior y

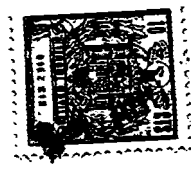
296389



3,7 metros de longitud. El reactor se relleno a lo largo de una longitud de 30,7 centímetros con granulos simples de Celite, no impregnado por ninguna disolucion catalizadora. El reactor tubular estaba envuelto por una envoltura o camisa de acero que contenia Dowtherm (mezcla eutectica de difenilo y oxido de difenilo, agente transmisor de calor fabricado por la Dow Chemical Company) en ebullicion y bajo presion.

El reactor tubular se colocó en posicion vertical y se puso una T de mezclado en la parte superior del reactor. El 1,2-dicloroetano se suministro, mediante una bomba reguladora, a un vaporizador con envoltura de acero de setenta y seis (76) centímetros de longitud a una presion de vapor de doce (12) kilogramos por centimetro cuadrado. El vaporizador de acero tenia un diametro interior de 50 milímetros. El cloro se introdujo mediante una bala o botella, a traves de un precalentador de acero a 77°C, relleno de silletas "Berl" de 6,4 milímetros, y a traves de un rotametro, en el interior de la T de mezclado situada en la parte superior del reactor. En este lugar, el 1,2-dicloroetano y el cloro se mezclaron y pasaron al interior del reactor. La parte efluente del reactor fue tomada de la base del reactor a traves de un tubo e introducida en un segundo reactor.

Se conectó un segundo reactor al primero a traves de un tubo de salida situado en la base del primer reactor y que consistia de un reactor tubular colocado en posicion vertical. Este segundo reactor de oxiclacion tenia un diametro interior de 38 milímetros y estaba construido de niquel. El reactor tenia 335 centímetros de lon



gitud y estaba relleno de material catalizador, preparado como en el Ejemplo I, a lo largo de 275 centímetros de su longitud. Este reactor estaba encerrado en una envoltura de acero de 102 milímetros de diámetro interior. En la envoltura de acero se mantuvo Dowtherm en ebullición (mezcla eutéctica de difenilo y óxido de difenilo, agente transmisor de calor fabricado por la Dow Chemical Company) a una presión de 12,3 kilogramos por centímetro cuadrado. Los gases efluentes del reactor procedentes del reactor de oxiclорación fueron condensados en una cápsula de grafito impermeable encamisada con agua y en un intercambiador calorífico de tubos. El gas de expulsado del intercambiador de calor se pasó entonces a través de colectores fríos con nieve carbónica-acetona. El gas expulsado no condensable procedente de los colectores fríos se paso consecutivamente a través de un depurador de columna relleno que utilizaba agua como agente purificador y luego a través de un depurador de columna relleno que utilizaba sosa cáustica al catorce (14) por ciento como disolución depuradora. En el reactor de la primera etapa se introdujo una mezcla de 1,2-dicloroetano y cloro. Los gases desprendidos del reactor de la primera etapa fueron mezclados con oxígeno y la mezcla así formada fué introducida en el reactor de la segunda etapa. Los resultados de estos ensayos quedan reseñados en la siguiente Tabla I:

296389

Tabla I

Etapa de cloración

Etapa de oxicoloración

Ensayo nº	Etapa de cloración		Etapa de oxicoloración		Edad del catalizador (horas)			
	Temp. envoltura (°C)	Temp. reactor (°C)	Relación de alimentación de Cl ₂ moles de C ₂ en compuestos	Temp. contacto (seg.)		Temp. lecho (°C)	Moles de O ₂ Moles de C ₂ en compuestos	Temp. contacto (seg.)
1	370	405	0,83	14,3	425	0,53	8,2	103
2	355	400	0,88	12,7	425	0,66	7,1	117
3	345	370	0,81	14,0	430	0,60	7,5	128
4	345	415	0,86	18,7	415	0,65	11,3	136
5	370	415	0,90	11,9	415	0,68	7,0	207

Rendimiento en % molar - relativa al DCE alimentado

Ensayo nº	C ₂ HCl ₃	C ₂ Cl ₄	C ₂ HCl ₅	C ₂ H ₂ Cl ₄	CO & CO ₂	C
1	16,3	30,6	1,4	28,4	1,9	6,5
2	14,3	26,2	1,2	35,5	4,2	0,1
3	19,1	23,7	0,5	28,0	4,0	1,6
4	14,3	27,3	2,1	32,6	4,8	6,8
5	8,7	30,2	0,0	39,0	5,0	7,0

296389





Como puede verse fácilmente en los Ejemplos anteriores, el 1,2-dicloroetano se puede clorar de forma eficaz en producto de percloroetileno y tricloroetileno, utilizando un procedimiento de cloración conjuntamente con una etapa de oxiclорación. El aprovechamiento de los materiales orgánicos es de un orden elevado y la oxidación del suministro orgánico es mínima, mientras que la productividad está dentro de un valor aceptable. A pesar de que la invención ha sido descrita con referencia a ciertos Ejemplos específicos, no está destinada a verse limitada por los mismos, sino en lo que figura en el siguiente capítulo de reivindicaciones.

15

N O T A

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Introducción, por DIEZ años, son los siguientes:

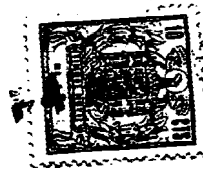
20

25

30

1.- Un método de preparar percloroetileno que comprende poner en contacto 1,2-dicloroetano con cloro elemental en una cantidad sustancial pero menor que 1,5 moles de cloro por mol de 1,2-dicloroetano para hacer así que tenga lugar una reacción, introducir oxígeno en la mezcla de reacción resultante, estando dicho oxígeno en una cantidad entre 0,25 y 5 moles de oxígeno por mol de 1,2-dicloroetano y poner en contacto la mezcla que contiene oxígeno así formada con un catalizador de oxiclora-

296389



ción de haluro metálico a temperatura elevada para producir percloroetileno.

3
4
5 2.- Un método de acuerdo con el punto 1, caracterizado por el hecho de que la temperatura elevada está entre 380°C y 510°C.

3.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que el 1,2-dicloroetano es puesto en contacto con cloro elemental a una temperatura entre 340°C y 500°C.

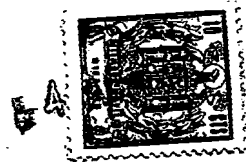
10 4.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 3, caracterizado por el hecho de que la reacción es controlada para lograr una mezcla de reacción que contiene menos del 10 por ciento de cloro elemental en volumen.

15 5.- Un método de acuerdo con cualquiera de los 1 a 4, caracterizado por el hecho de que el 1,2-dicloroetano es puesto en contacto con cloro elemental en una cantidad de al menos una cuarta parte (1/4) de mol de cloro por mol de 1,2-dicloroetano, pero menos de 1,5 moles de cloro por mol de 1,2-dicloroetano.

20 6.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 5, caracterizado por el hecho de que el catalizador es un catalizador de cloruro de cobre.

7.- Un método de preparar percloroetileno.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.



Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A. 4 ABR. 1904

Alberto de Eizaburo
Por Poder

296389

G.D.S.

Ma Alm