



327485

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

por "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE TETRACLORURO DE CARBONO Y DE PERCLOROETILENO POR CLORACION DE CARBUROS ALIFATICOS", a favor de la firma francesa PROGIL, S.A., domiciliada en PARIS (8è) - 77, rue de Miromesnil, Francia.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

El tetracloruro de carbono (CCl_4) y el percloroetileno (C_2Cl_4) pueden obtenerse por cloración hacia 400-600°C de diversos hidrocarburos alifáticos, y particularmente carburos de C_1 a C_3 . Además de los cuerpos precitados, se forman sub-productos indeseables, tales como el hexaclorobenceno (C_6Cl_6) y el hexaclorobutadieno (C_4Cl_6), y productos



327485

que es posible reciclar, tales como el hexacloroetano (C_2Cl_6) y el tricloroetileno (C_2HCl_3). Se sabe, por otra parte, que la concentración en sub-productos indeseables puede reducirse trabajando con un exceso final importante de cloro; sin embargo, tal procedimiento no es remunerador (Mac Bec - Ind. Eng. Chem. 41 - 1949, p.1803).

La sociedad solicitante ha descubierto que es posible producir la reacción en condiciones económicas interesantes, efectuando la reacción no como en los procedimientos conocidos, en los que se usa un solo reactor, sino con una serie de reactores.

En el procedimiento de acuerdo con la presente invención, la totalidad del cloro se introduce en el primer reactor, y el hidrocarburo se distribuye juiciosamente en varios reactores mantenidos a temperaturas óptimas, ya sea enfriando exteriormente los reactores, ya sea inyectando productos de la reacción al estado líquido o gaseoso.

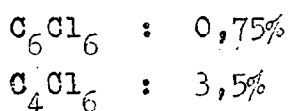
El estudio profundizado de la reacción empleada en la presente invención, ha demostrado que, actuando según el procedimiento objeto de la misma, se forma en el primero o los primeros reactores, ricos en cloro libre, una cierta cantidad de hexacloroetano que da el tetracloruro de carbono y el percloroetileno en los reactores siguientes, liberando el cloro y produciendo un tampón térmico.



327485

Las curvas de las figuras 1 y 2 del dibujo adjunto demuestran, a título de ejemplo, la influencia del exceso de cloro y del tiempo de contacto sobre los productos de la reacción, que no sean el tetracloruro de carbono y el percloroetileno, pero sí el tricloroetileno (C_2Cl_3H), el hexacloroetano (C_2Cl_6), el hexaclorobutadieno (C_4Cl_6) y el hexaclorobenceno (C_6Cl_6).

La curva de la fig. 1 indica en ordenadas la composición % de la producción para una temperatura promedio de 520°C y una duración de contacto de un segundo, en función del excedente de cloro libre en los gases que salen del reactor (indicado en abscisas). Se introduce el cloro en el reactor con una molécula de propano, diluida con 6 moléculas de percloroetileno. Se observa, por ejemplo, que para 5% de cloro libre se obtienen los siguientes porcentajes de sub-productos dosados por análisis espectral infrarrojo:



20.

La curva de la fig. 2 permite, en las mismas condiciones, determinar la influencia del tiempo de contacto a 520°C (indicado en segundos en abscisas), conservando un exceso de 5% de cloro libre en los gases que salen del reactor.



327485

tor; la composición % se indica en ordenadas.

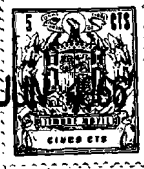
Según esta última curva, se observa que utilizando según el procedimiento clásico, un solo reactor a 520°C y un exceso de cloro de 5%, que puede ser considerado como un tenor límite, se obtienen cantidades importantes en productos indeseables (C_6Cl_6 y C_4Cl_6). El rendimiento sobre el carbono en productos valorizables no pasa de 80% en estos ensayos.

En cambio, se indican a continuación, a título de ejemplos no limitativos, otros resultados de ensayos obtenidos según el procedimiento objeto de la presente invención:

EJEMPLO 1.

Como lo demuestra la fig. 3 del dibujo adjunto, se dispone de tres reactores A, B, C, colocados en serie y mantenidos respectivamente a 460°, 530° y 560°C. Se introducen 360 litros de cloro por hora en 1, y 11,2 litros de propano en 2 a la cabeza del primer reactor A; se agregan 15,7 litros de propano en 3, a la entrada del segundo reactor B, y 17,9 litros de propano en 4 a la entrada del tercer reactor C.

A la salida de cada reactor, los gases reaccionales se enfrían a 150° - 200°C por pasaje interno en un intercam-



2 J

327485

biador respectivamente 5-6 alimentado con aire frío que circula exteriormente. El cloro en exceso dosado en la mezcla gaseosa final es de 4,8%.

Los gases se enfrían en un condensador 7, y el ácido clorhídrico es absorbido por el agua.

Las fracciones orgánicas reunidas han dado el análisis:

	40,6%	$C Cl_4$	2,2%	$C_2 H Cl_3$
10.	59%	$C_2 Cl_4$	0,2%	$C_6 Cl_6$
	2,2%	$C_2 Cl_6$	0,8%	$C_4 Cl_6$

Los rendimientos sobre el cloro y el carbono contenidos en los productos indicados anteriormente, son respectivamente de 95% y 93,5%, y el tenor en sub-productos indeseables ($C_6 Cl_6 + C_4 Cl_6$) no excede de 1% de la producción.

EJEMPLO 2.

20. Como lo demuestra la fig. 4 del dibujo adjunto, se dispone de dos reactores A, B, colocados en serie y mantenidos respectivamente a 520° y 560°C. Se introduce en el primer reactor A, 150 litros de cloro en 1 y 15 litros de propano en 2, previamente diluido en 3 por 400 gramos de lí-



327485

quido conteniendo 10% de hexacloroetano y 90% de percloro-
etileno.

Después de enfriar a 150°C en 4, los vapores reci-
ben en 5 una segunda adición de 7,4 litros de propano, y

5. luego penetran en el segundo reactor B mantenido a 560°C.

Los tiempos de contacto en el primero y segundo reac-
tor son de 1,6 y 1,7 segundos.

El título de cloro en los gases de salida es de
5%.

10. Por condensación de los vapores que salen en 6,
se recoge un líquido que tienen la composición siguiente:

	CCl_4	17%
	C_2Cl_4	78,52%
15.	C_2HCl_3	0,89%
	C_6Cl_6	0,20%
	C_4Cl_6	0,43%
	C_2Cl_6	<u>2,96%</u>
		100,00%

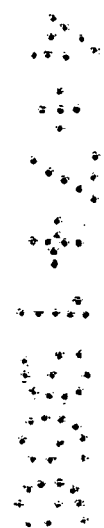
20.

Si se tiene en cuenta la dilución de hexacloro-
etano y de percloroetileno, se obtiene la siguiente composi-
ción sobre la producción:



327485

	CCl_4	38,32%
	C_2Cl_4	51,6%
	C_2HCl_3	2%
	C_6HCl_6	0,45%
5.	C_4Cl_6	0,97%
	C_2Cl_6	6,66%
	<hr/>	
		100,00%



10. Los rendimientos sobre el cloro y el propano alcanzan a 95%, y el tenor en sub-productos indeseables alcanza a 1,42% de la producción. Los otros sub-productos tricloroetileno y hexacloroetano son reciclables al reactor y son finalmente convertidos en tetracloruro de carbono y percloro-
15. etileno.

Los reactores pueden construirse con cualquier material resistente a los productos de la reacción.

Su volumen se calcula para obtener el tiempo de contacto óptimo. Los mismos pueden trabajar sin inconveniente bajo una presión superior o inferior a la presión atmosférica.
20.

Se entiende que la invención no se limita a los modos de realización de este procedimiento ni a los esquemas de instalación que se indican en la presente memoria, sino que abarca todas las variantes.



327485

N O T A

Descrito el invento lo que se declara como no practicado ni puesto en ejecución en España, comprende las reivindicaciones siguientes:

5. 1. Procedimiento de preparación de tetracloruro de carbono y de percloroetileno por cloración de carburos alifáticos, de C_1 a C_3 , caracterizado porque la reacción es llevada a cabo en varios reactores montados en serie siendo introducido el cloro en su totalidad en el primer reactor, y el o los hidrocarburos son repartidos en cada uno de los reactores, obteniéndose la temperatura óptima en cada uno de los reactores sea por enfriamiento exterior de los reactores, sea por adición, antes de la entrada en los reactores o en los propios reactores, de líquidos, vapores o gases reaccionales.

10. 2. Procedimiento, de acuerdo con lo especificado en la reivindicación 1, caracterizado porque se añade al cloro una o varias sustancias productoras de cloro.

20. 3. Procedimiento de preparación de tetracloruro de car-



327485

bono y de percloroetileno por cloración de carburos alifáticos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 9 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de los dibujos correspondientes.

Madrid, a 2 de junio de 1966.

p. a.

JAIME ISERN

p. a.

Firmado: LUIS REY PADILLA



327485

327485

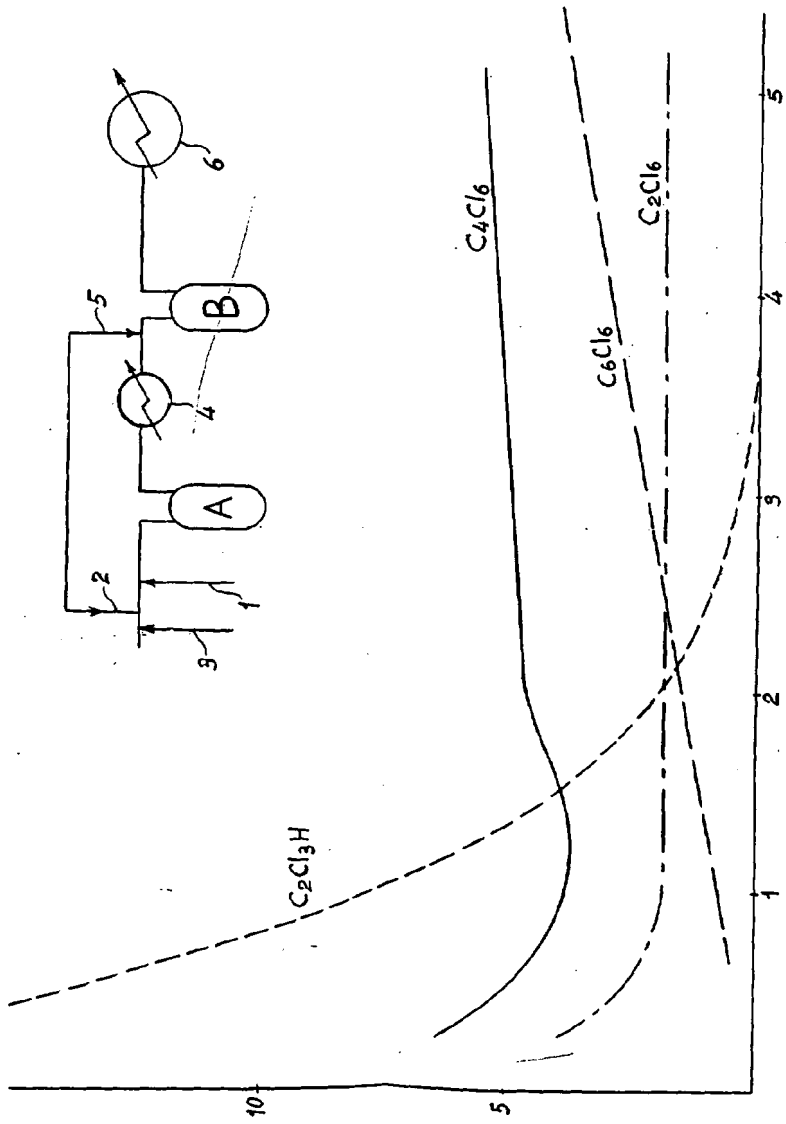
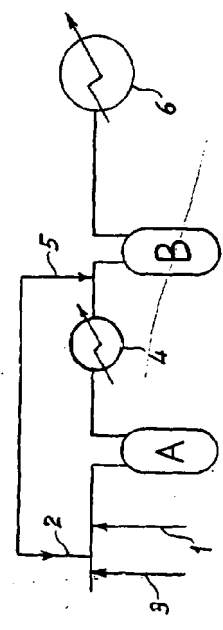


Fig. 2

327485

Fig. 4



Madrid, 2 JUN. 1966

Jaime Isem
JAIME ISEM

pp. [Signature]

327485

327485



Fig. 3

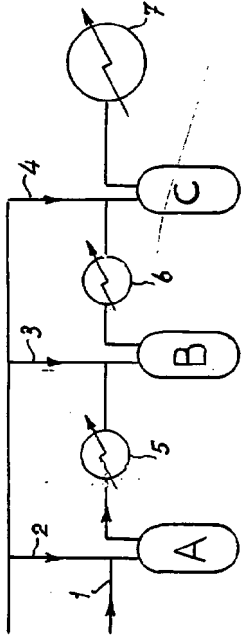
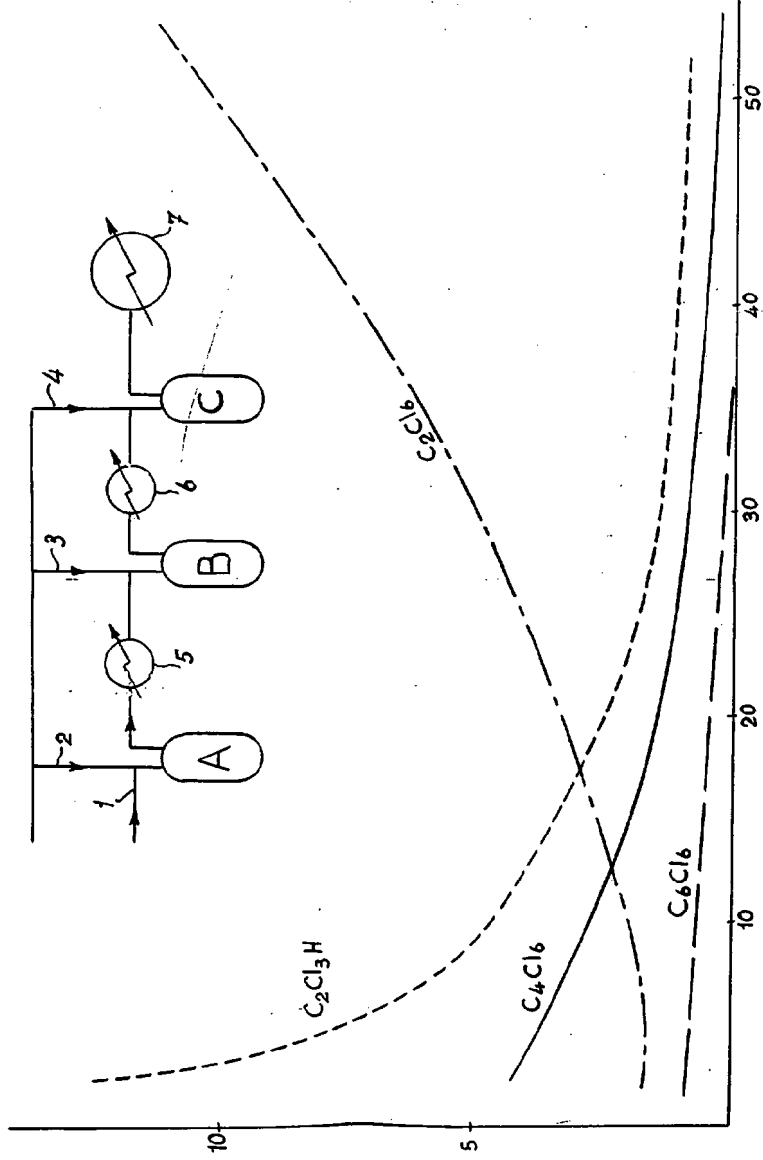


Fig. 1



2 JUN 1966

Madrid, Jaime Isern

J. F. JAIME IBERN

P.P.