



PATENTE DE INVENCION  
I.C.I. Case No. MD.18828  
=====

333008

*Memoria Descriptiva*

*sobre*

"PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE CLORURO  
DE HIDROGENO GASEOSO".

---

*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad  
inglesa, residente en Imperial Chemical House,  
Millbank, Londres S.W.1, Inglaterra.

---

Este invento se refiere a un procedimien-  
to para la purificación de cloruro de hidrógeno ga-  
seoso.

El cloruro de hidrógeno es un subproduc-  
to de la preparación de hidrocarburos alifáticos



- fluorados por la interacción de cloroalcanos con fluoruro de hidrógeno en fase de vapor en presencia de un catalizador de fluoración. Se conoce un gran número de catalizadores apropiados para la catálisis de fluoración en esta reacción, incluyendo alumina activada, fluoruro de aluminio y catalizadoras que comprenden uno o más óxidos o haluros metálicos, por ejemplo haluros de cromo, níquel, cobalto o hierro y óxidos de cromo o hierro. El subproducto cloruro de hidrógeno procedente de esta reacción de fluoración puede utilizarse en una amplia variedad de procedimientos químicos pero la presencia de fluoruro de hidrógeno, fluorhidrocarburos o fluorclorhidrocarburos como impurezas en el cloruro de hidrógeno es indeseable en muchos procesos de elaboración. Existen procedimientos disponibles para eliminar la impureza de fluoruro de hidrógeno del cloruro de hidrógeno pero se desearía disponer de un método conveniente y económico para eliminar los fluorhidrocarburos o fluorclorhidrocarburos.

- Ahora hemos descubierto el gas de cloruro de hidrógeno que contiene como impurezas uno o más fluorhidrocarburos o fluorclorhidrocarburos alifáticos puede purificarse poniendo en contacto dicho gas con un catalizador de fluoración a temperatura elevada. Parece ser que se descomponen los compuestos fluor- y fluorcloro-, en presencia de un gran exceso de gas de cloruro de hidrógeno para formar fluoruro de hidrógeno y clorhidrocarburos. Si se desea, se



5. puede separar el fluoruro de hidrógeno del cloruro de hidrógeno por medios conocidos; en muchos procedimientos que implican el uso de cloruro de hidrógeno los clorohidrocarburos son impurezas menos objetables que los compuestos fluor-, en particular cuando el cloruro de hidrógeno purificado se emplea en la manufactura de cloroalcanos.

10. Por tanto, según el presente invento se proporciona un procedimiento para la purificación de gas de cloruro de hidrógeno que contiene uno o más fluorhidrocarburos o fluorclorohidrocarburos alifáticos como impurezas, que comprende la operación de poner dicho gas en contacto con un catalizador de fluoración a una temperatura elevada.

15. El procedimiento es aplicable a la separación o eliminación de una amplia gama de fluorhidrocarburos y fluorclorohidrocarburos alifáticos pero es especialmente aplicable a la purificación de cloruro de hidrógeno gaseoso que contenga como impurezas uno o más fluorcloroalcanos con uno o dos átomos de flúor en la molécula, por ejemplo difluordiclorometano ( $CF_2Cl_2$ ) y fluor-triclorometano ( $CFCl_3$ ).

20. Se puede emplear una amplia gama de catalizadores, por ejemplo los mencionados anteriormente como apropiados para llevar a cabo la preparación de hidrocarburos alifáticos fluorados. Los catalizadores preferidos son aquellos que comprenden alumina o fluoruro de aluminio. Es preferible en especial emplear alumina activada pero al usarla, debe convertirse al menos parcialmente en fluoruro de aluminio.

25.

30.



5. En general, es preferible mantener el catalizador a una temperatura de 200°C por lo menos, por ejemplo entre 300°C y 500°C; siendo la temperatura preferida la comprendida entre 300°C y 400°C. El gas de cloruro de hidrógeno puede pasarse por un lecho estático o un lecho fluidizado de catalizador.

10. El procedimiento puede llevarse a cabo convenientemente a presión sensiblemente atmosférica pero se pueden usar presiones superiores o inferiores.

El cloruro de hidrógeno purificado puede recuperarse como un gas o como una solución, por ejemplo como ácido clorhídrico por absorción en agua.

15. A continuación se ilustra el invento mediante los ejemplos siguientes, que no suponen restricción alguna a su alcance.

EJEMPLO I

20. Se pasó cloruro de hidrógeno gaseoso, con un contenido de 850 partes por millón (en volumen) de  $CF_2Cl_2$ , a una velocidad de 75 litros por hora por un lecho de 25,4 mm de diámetro de 12 gramos de alumina activada ("Actal A") mantenido a 350°C.

25. Al cabo de 24 horas de flujo continuo el gas de salida contenía menos de 10 partes por millón (en volumen) de  $CF_2Cl_2$  y 27 partes por millón (en peso) de "fluor ionizable" (expresado como ión fluoruro).

30. Al cabo de 112 horas el gas de salida contenía 50 partes por millón (en volumen) de  $CF_2Cl_2$  y 220 partes por millón (en peso) de "fluor ionizable".



Después de 145 horas el gas de salida contenía 110 partes por millón (en volumen) de  $\text{CF}_2\text{Cl}_2$  y 280 partes por millón (en peso) de "fluor ionizable".

5.

EJEMPLO 2

Se pasó cloruro de hidrógeno gaseoso, con un contenido de 970 partes por millón (en volumen) de  $\text{CF}_2\text{Cl}_2$ , a una velocidad de 75 litros por hora a través de un lecho de 25,4 mm de diámetro de 13 gramos de fluoruro de aluminio mantenido a 350°C.

10.

Al cabo de 148 horas de flujo continuo el gas de salida contenía 50 partes por millón (en volumen) de  $\text{CF}_2\text{Cl}_2$  y 80 partes por millón (en volumen) de  $\text{CFCl}_3$ .

15.

EJEMPLO 3

Se pasó gas de cloruro de hidrógeno, con un contenido de 780 partes por millón (en volumen) de  $\text{CF}_2\text{Cl}_2$ , a una velocidad de 75 litros por hora por un lecho de 25,4 mm de diámetro, que contenía 17 gramos de sílice-alumina, mantenido a 350°C. La sílice-alumina, cuyo contenido era del 60% en peso de  $\text{SiO}_2$  y el 40% en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , se hallaba en forma de tabletas de 3 milímetros; el área de superficie era de 400  $\text{m}^2/\text{gm}$  y el radio de poro por término medio era de 22 Å.

20.

25.

Al cabo de 46 horas de flujo continuo el gas de salida contenía menos de 20 partes por millón (en volumen) de  $\text{CF}_2\text{Cl}_2$ .

EJEMPLO 4

30.

Se pasó cloruro de hidrógeno gaseoso, con un



5. contenido de 920 partes por millón (en volumen) de  $CF_2Cl_2$ , a una velocidad de 75 litros por hora por un lecho de 25,4 mm de diámetro que contenía 18 gramos de alumina impregnada de óxido de cobalto (2,2% en peso), trióxido de molibdeno (7,6% en peso) y óxido de magnesio (4,1% en peso); el lecho de catalizador se mantuvo a 350°C.

10. Al cabo de 20 horas de flujo continuo, el gas de salida contenía 195 partes por millón (en volumen) de  $CF_2Cl_2$ .

EJEMPLO 5

15. Se pasó cloruro de hidrógeno gaseoso, que contenía 850 partes por millón (en volumen) de  $CF_2Cl_2$ , a una velocidad de 75 litros por hora por un lecho de 25,4 mm de diámetro que contenía 26 gramos de óxido de cromo negro (mezclado con un 5% en peso de grafito); el lecho catalizador se mantuvo a 350°C.

20. Al cabo de 48 horas de flujo continuo el gas de salida contenía 420 partes por millón (en volumen) de  $CF_2Cl_2$ .

- N O T A -

25. Descrita suficientemente la naturaleza del 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 se refiere a una solicitud de patente  
30. presentada en Inglaterra bajo el número 46795/65



NOV. 1966

- de 4 de Noviembre de 1.965, que fue completada el 13 de Octubre de 1.966 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 en España por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE CLORURO DE HIDROGENO GASEOSO"; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1ª.- Procedimiento para la purificación de cloruro de hidrógeno gaseoso que contiene uno o más fluorhidrocarburos o fluorclorohidrocarburos alifáticos como impurezas, caracterizado porque comprende la operación de poner en contacto dicho gas con un catalizador de fluoración a elevada temperatura.
10. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el material de partida es cloruro de hidrógeno gaseoso que contiene como impurezas uno o más fluoralcenos con uno o dos átomos de fluor en la molécula.
15. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque el cloruro de hidrógeno contiene difluor-doclorometano o fluor-triclorometano como impureza.
20. 4ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el catalizador comprende alúmina.
25. 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el catalizador comprende fluoruro de aluminio.
30. 6ª.- Procedimiento según cualquiera de las



3 NOV. 1966

reivindicaciones anteriores caracterizado porque la reacción se efectúa a una temperatura de 200°C por lo menos.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª, caracterizado porque la temperatura es del orden de 300 a 500°C.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7ª caracterizado porque la temperatura es del orden de 300 a 400°C.

9ª.- "Procedimiento para la purificación de cloruro de hidrógeno gaseoso"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola ciza.

3 NOV. 1966

Madrid,

IMPÉRIAL CHEMICAL INDUSTRIES  
LIMITED,

J. GOMEZ ACESO Y MODEI  
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz