

377113



377113

SECCION TECNICA
CLASIFICACION N.º C
CLASE <u>C-07</u>
SUBCLASE <u>C</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

de una Patente de Invención a nombre de:  
KNAPSACK AKTIENGESELLSCHAFT, de naciona-  
lidad alemana, domiciliada en 5033 KNAPSACK  
bei Köln (Alemania); por: "PROCEDIMIENTO PA  
RA LA PREPARACION DE CLORURO DE VINILO POR  
DESDOBLAMIENTO TERMICO INCOMPLETO A PARTIR  
DE 1,2-DICLOROETANO".

-----ooo000ooo-----

El invento concierne a un procedimiento para la  
preparación de cloruro de vinilo purísimo exento de cloru-  
ro de hidrógeno por desdoblamiento térmico incompleto de  
1,2-dicloroetano a presión elevada y temperaturas entre  
5 aproximadamente 450 y 650°C en ausencia de catalizadores.

Procedimientos para la preparación de cloruro  
de vinilo a partir de 1,2-dicloroetano son conocidos por  
ejemplo a partir de la memoria de patente británica  
938824 y de las DAS 1242594 y 1250426.

10 El modo de trabajo general de los procedimientos  
conocidos para el desdoblamiento de 1,2-dicloroetano se



explicará con más detalle, para aclarar el invento que se ha de describir a continuación, con ayuda de un organigrama.

Desde el recipiente de reserva 1 se alimenta 1,2-dicloroetano mediante la bomba 2 al tubo de desdoblamiento 3. La alimentación de dicloroetano en el tubo de desdoblamiento 3 tiene lugar por ejemplo a 27 atmósferas absolutas y el caudal asciende por ejemplo a 9,38 toneladas / hora. La temperatura del dicloroetano empleado se encuentra en aproximadamente 40°C. El tubo de desdoblamiento 3 se encuentra en un horno 6 calentado con aceite de calefacción o gas. En el camino a través del tubo de desdoblamiento 3, el dicloroetano incorporado en estado líquido es en primer lugar precalentado, después es evaporado, sobrecalentado, y finalmente disociado a una temperatura de aproximadamente 500°C. Se mantiene en aproximadamente 56% (en general en 55 hasta 65%) el grado de transformación del dicloroetano en la porción o zona de craqueo del tubo de desdoblamiento 3 por regulación adecuada de la calefacción. La temperatura de la mezcla gaseosa que sale del tubo de desdoblamiento es de 525°C, a una presión de 17 atmósferas absolutas.

A esta presión, la mezcla gaseosa es condensada parcialmente a aproximadamente 70°C a través del refrigerador 7. La porción de producto que permanece en forma gaseosa en este caso y el condensado son introducidos, bajo reducción de la presión a aproximadamente 12 atmósferas absolutas, en la columna de cloruro de hidrógeno 8, cuya parte de evacuación está dibujada en 19. La parte inferior de la columna 8 puede ser calentada por un evaporador de circulación 20. Como producto de cabezas se obtiene en esta

etapa de destilación 8 un cloruro de hidrógeno puro a partir de las corrientes de productos del proceso de desdoblamiento incorporadas en forma líquida y de vapor. Este cloruro de hidrógeno, que resulta en una cantidad de 1853 kg/hora, es apropiado para otras síntesis a causa de su elevada pureza.

El producto de colas o alambique de la columna 8 contiene el cloruro de vinilo formado en el proceso de desdoblamiento (p. de eb.  $760 = -13,9^{\circ}\text{C}$ ) junto con el 1,2-dicloroetano que no ha reaccionado. Esta mezcla, bajo reducción de la presión a aproximadamente 5 atmósferas absolutas, es introducida en la denominada columna de cloruro de vinilo 9 retirándose el cloruro de vinilo puro (con un caudal de 3172 kg/hora) desde el condensado de cabezas de la columna 9. El producto de colas o alambique de la columna de cloruro de vinilo 9 contiene el 1,2-dicloroetano que no ha reaccionado en el tubo de desdoblamiento así como los productos de bajo punto de ebullición y los productos de elevado punto de ebullición que se han formado en este proceso de desdoblamiento. La temperatura de la parte superior de la columna 9 es mantenida en  $37^{\circ}\text{C}$  y la temperatura del alambique de colas es a  $150^{\circ}\text{C}$ . Con el fin de poder devolver este 1,2-dicloroetano de nuevo al proceso de desdoblamiento, el 1,2-dicloroetano bruto de retorno, que sale del alambique de colas de la columna de cloruro de vinilo 9, es tratado de acuerdo con el modo de trabajo explicado en la DAS 1250426, columna 3, línea 51, hasta columna 4, línea 51.

El cloruro de vinilo que se separa por destilación en la parte superior de la columna 9 es condensado totalmente en



el refrigerador 21 y es recogido en el recipiente de sedimentación 22. Este recipiente de sedimentación 22 posee una conducción de purga de aire 18. Con la ayuda de la bomba 17 se retira de modo continuo cloruro de vinilo desde el recipiente de sedimentación 22, y una parte es añadida a través de la conducción 16 en calidad de reflujo de nuevo a la parte superior de la columna 9. Otra parte del cloruro de vinilo puede ser retirada a través de la conducción 15. Según el procedimiento de la DAS 1250426, se deriva una porción de circuito cerrado desde el cloruro de vinilo obtenido y se la devuelve a la conducción de introducción en la columna 8.

Con el circuito cerrado de cloruro de vinilo entre las columnas 8 y 9 se logra una coagulación disminuida en el evaporador de circulación 20 y en la parte de evacuación 19.

El cloruro de vinilo retirado de la conducción 15 puede ser considerado desde luego como producto puro, pero todavía contiene aproximadamente 300 hasta 500 p.p.m de cloruro de hidrógeno. Con el fin de eliminar este cloruro de hidrógeno, hasta ahora se hacía pasar el cloruro de vinilo líquido a través de dos torres llenas con hidróxido de sodio. Esto constituida una etapa de trabajo discontinua, dado que las torres debían ser vaciadas y llenadas de nuevo de tiempo en tiempo. También era desventajoso el hecho de que con el cloruro de vinilo líquido se extraían desde las torres grandes cantidades de cloruro o hidróxido de sodio y eran arrastradas a las conducciones tubulares situadas a continuación, que debían ser liberadas de aquéllas a intervalos de tiempo regulares.



De acuerdo con el invento, se puede prescindir de las torres de NaOH, si se conduce el cloruro de vinilo que contiene cloruro de hidrógeno a la parte superior de una columna de desgasificación 4, cuya parte inferior está provista con un evaporador de circulación 5. Con ayuda de este evaporador de circulación, una parte del cloruro de vinilo entrante es evaporada, llevándose consigo los vapores ascendentes toda el cloruro de hidrógeno. Los vapores son retirados por la conducción 10, son licuados en el refrigerador 11, y son recogidos en el recipiente de sedimentación 12. Desde allí, el cloruro de vinilo, que contiene cloruro de hidrógeno es devuelto a través de la conducción 14 en el circuito cerrado de retorno a la entrada de la columna 8. En la conducción 14 está intercalada una bomba 13, dado que la columna 8 es hecha trabajar usualmente bajo presión más elevada que las columnas 9 y 4. Desde la salida del fondo de la columna 4 se puede retirar cloruro de vinilo purísimo, exento de cloruro de hidrógeno.

En general, es suficiente evaporar alrededor de 5% del cloruro de vinilo que entra en la columna de desgasificación 4, con el fin de extraer todo el cloruro de hidrógeno. No obstante, también se puede evaporar más cantidad de cloruro de vinilo y devolverlo a través de la conducción 14 a la columna 8, alcanzándose adicionalmente las ventajas del procedimiento de la DAS 1250426.

El modo de trabajo según el invento hace posible un funcionamiento enteramente continuo; gracias a la desaparición de las torres de NaOH se ahorra personal, que hasta ahora era nece-



sario para vaciar y llenar de nuevo estas torres, y además se evita el que el cloruro de vinilo obtenido contenga sales.

En particular, el invento concierne a un procedimiento para la preparación de cloruro de vinilo por desdoblamiento térmico incompleto de 1,2-dicloroetano a presión elevada, preferiblemente de 8 a 40 atmósferas absolutas, y a temperaturas entre aproximadamente 450 y 650°C en ausencia de catalizadores, siendo condensada parcialmente la mezcla gaseosa que abandona la zona de desdoblamiento, la cual consiste en cloruro de vinilo, cloruro de hidrógeno, 1,2-dicloroetano que no ha reaccionado así como sub-  
10 productos, en una primera etapa de destilación para la separación por destilación del cloruro de hidrógeno y siendo conducida a continuación a una segunda etapa de destilación para la separación por destilación del cloruro de vinilo, después de lo  
15 cual el producto de colas de la segunda etapa de destilación es tratado de manera conocida para la devolución del 1,2-dicloroetano que no ha reaccionado, y siendo bombeado de retorno el cloruro de vinilo retirado y licuado en la parte superior de la segunda etapa de destilación parcialmente aproximadamente en la mitad  
20 de la primera etapa de destilación, el cual está caracterizado porque se introduce el cloruro de vinilo licuado retirado como producto, el cual contiene todavía pequeñas cantidades de cloruro de hidrógeno, en la parte superior de una zona de desgasificación desde la cual se separa por evaporación mediante un evaporador de circulación una parte del cloruro de vinilo junto con todo  
25 el cloruro de hidrógeno arrastrado, se condensa, y se bombea de retorno aproximadamente en la mitad de la primera etapa de des-



tilación, prevista para la separación por destilación del cloruro de hidrógeno, mientras que del fondo de la zona de desgasificación se retira cloruro de vinilo purísimo.

5 El procedimiento según el invento está caracterizado preferiblemente porque desde la zona de desgasificación 3 se separa por evaporación y se condensa hasta 20% del cloruro de vinilo que ha entrado por la parte superior, junto con todo el cloruro de hidrógeno arrastrado.

EJEMPLO-

10 Por la conducción 15 entran 5 toneladas/hora de cloruro de vinilo con un contenido de 500 p.p.m (= 0,5 o/oo) en la columna de desgasificación 4. Con ayuda del evaporador de circulación 5 se evapora 5% (= 250 kg/hora) del cloruro de vinilo entrante, siendo eliminado por arrastre todo el cloruro de hidró-  
15 geno, a saber 2,5 kg/hora, conjuntamente a través de la conducción 10. El cloruro de vinilo evaporado, ahora con aproximadamente 1% de HCl es condensado y es devuelto a través de la conducción 14 a la columna 8. Por el fondo de la columna 4 se retiran en cantidad de producto 4,750 toneladas/hora de cloruro de vinilo pu-  
20 rísimo (con 0 p.p.m de HCl).



----- N O T A -----

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

1.- Procedimiento para la preparación de cloruro de vinilo por desdoblamiento térmico incompleto de 1,2-dicloroetano a presión elevada, preferiblemente de 8 hasta 40 atmósferas absolutas, y a temperaturas entre aproximadamente 450 y 650°C en ausencia de catalizadores, siendo condensada parcialmente la mezcla gaseosa que abandona la zona de desdoblamiento, que consiste en cloruro de vinilo, cloruro de hidrógeno, 1,2-dicloroetano que no ha reaccionado así como subproductos, en una primera etapa de destilación para la separación por destilación del cloruro de hidrógeno y siendo conducida a continuación a una segunda etapa de destilación para la separación por destilación del cloruro de vinilo, después de lo cual el producto de colas de la segunda etapa de destilación es tratado de manera conocida para la devolución del 1,2-dicloroetano que no ha reaccionado, y siendo bombeado de retorno el cloruro de vinilo retirado y licuado en la parte superior de la segunda etapa de destilación, parcialmente, aproximadamente en la mitad de la primera etapa de destilación, caracterizado porque el cloruro de vinilo licuado, retirado como producto, que todavía contiene pequeñas cantidades de cloruro de hidrógeno, se introduce en la parte superior de una zona de desgasificación desde la que se separa por evaporación mediante un evaporador de circulación una parte del cloruro de vinilo, junto con todo el cloruro de hidrógeno arrastrado, se conden-



sa y se bombea de retorno aproximadamente en la mitad de la primera etapa de destilación prevista para la separación por destilación del cloruro de hidrógeno, mientras que del fondo de la zona de desgasificación se retira cloruro de vinilo purísimo.

5                   2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque desde la zona de desgasificación 3 se separa por evaporación y se condensa hasta 20% del cloruro de vinilo que entra por la parte superior junto con todo el cloruro de hidrógeno arrastrado.

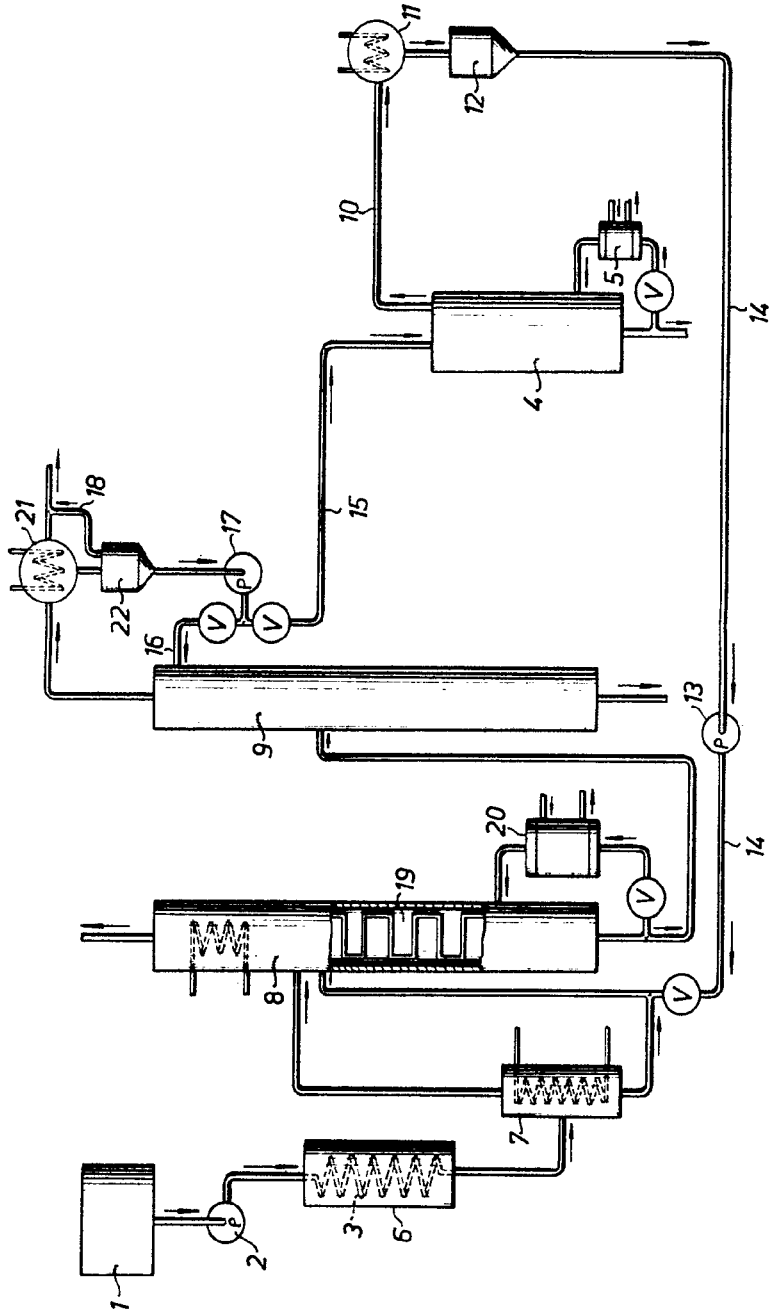
10                   3.- PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CLORURO DE VINILO POR DESDOBLAMIENTO TERMICO INCOMPLETO A PARTIR DE 1,2-DICLOROETANO.

15                   Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara y de sus correspondientes dibujos.

Madrid, 3 MAR 1970

CARLOS FERNANDEZ CANDELAS  
P.P.

3 1 1 1 3

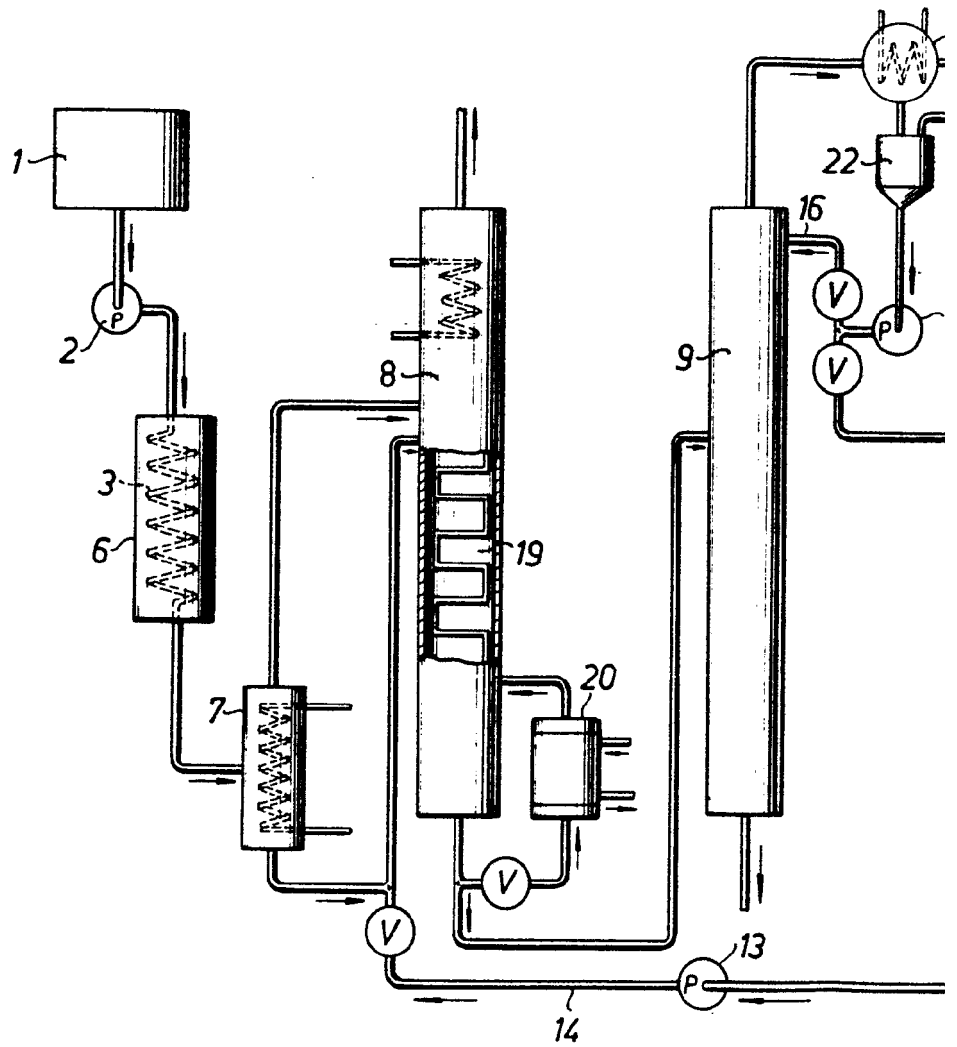


Escala variable

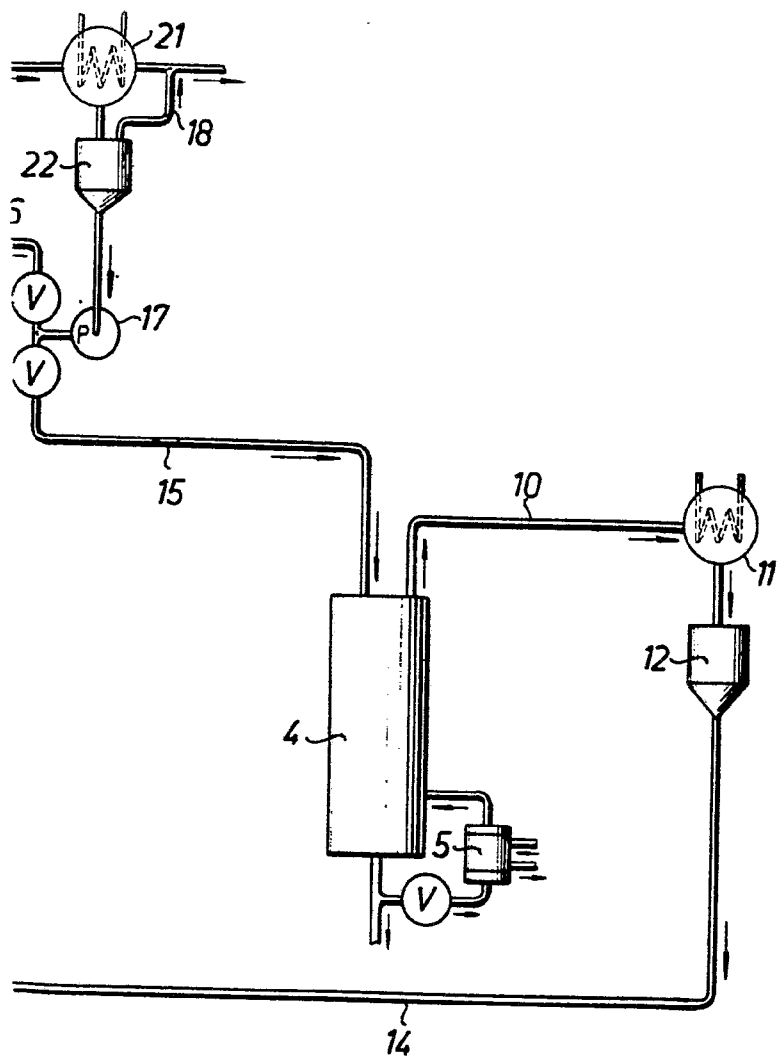
Madrid, 3 Marzo 1970

Knapsack Aktiengesellschaft

377 913



Escala variable



Madrid, 3 Marzo 1970  
CARLOS FERNANDEZ GARCIA  
P.E.