

MAR. 1973



PATENTE DE INVENCION

54-B-987

SECCION TECNICA	_____
CLASIFICACION I.P.C.	_____
CLASE 07	_____
SUBCLASE C	_____

383720

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION Y RECUPERACION DE 1,1,1-TRICLOROETANO,
A PARTIR DE IMPUREZAS DE CLOROHIDROCARBUROS CONTENIDOS EN AQUEL.

Solicitante: VULCAN MATERIALS COMPANY, entidad norteamericana, residente
en One Office Park, Birmingham, Alabama, EE. UU. de A.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El hidrocarburo clorado 1,1,1-tricloroetano, CH_3CCl_3 también conocido como metilcloroformo, se emplea extensivamente como un disolvente no inflamable para desengrasar, para limpiar metales del tipo frio y para limpiar moldes

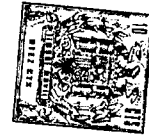
383720



plásticos. Este hidrocarburo clorado puede ser preparado mediante cloración térmica de etano, o por la acción de cloro sobre el 1,1-dicloroetano, o por la adición catalítica de HCl al 1,1-dicloroetileno. El mismo, hierve a 74 - 75°C a presión atmosférica y tiene una densidad específica de 1,3492.

En la producción del 1,1,1-tricloroetano, varios hidrocarburos clorados aparecen como subproductos o coproductos de la reacción formando pequeñas cantidades de impurezas en el 1,1,1-tricloroetano, a partir del cual aquellas son separables mediante técnicas de destilación solamente a expensas de grandes dificultades y costos. Se sabe a ciencia cierta que un compuesto clorado subproducto es el 1,2-dicloroetano, también conocido como dicloruro de etileno, el cual tiene un punto de ebullición de 83 - 84°C y una densidad específica de 1,255. A medida que incrementa la proporción de 1,1,1-tricloroetano en una mezcla de este compuesto con 1,2-dicloroetano, la separación de los dos compuestos mediante una simple destilación se hace extremadamente difícil. Esto es especialmente exacto en gamas de concentración de 1,1,1-tricloroetano superiores al 90 % en peso. Sobre la base de los datos de equilibrio vapor-líquido experimentalmente determinados, un proceso comercial para la satisfactoria separación de estos dos compuestos requeriría más de 160 platos en columnas de destilación, lo cual es impracticable desde un punto de vista económico.

La dificultad práctica al intentar separar 1,1,1-tricloroetano del 1,2-dicloroetano mediante una destilación fraccionada solamente puede ser demostrada a escala de laboratorio. Así, una columna Oldershaw con 40 platos y



383720

encamisada con vacío se cargó con 4 litros de una mezcla de 99 % en peso de 1,1,1-tricloroetano y 1 % en peso de 1,2-dicloroetano. La columna se operó discontinuamente durante más de 50 horas a una relación de reflujo de 100 : 1. Se tomaron muestras simultáneas de cabeza y cola analizándose mediante cromatografía de gases. El producto de cola mostró un 99,04 % en peso de 1,1,1-tricloroetano y un 0,96 % en peso de 1,2-dicloroetano. El producto de cabeza contenía aún un 0,10 % en peso de 1,2-dicloroetano. La volatilidad relativa calculada del compuesto tricloro al compuesto dicloro fué de 1,00.

En la tabla I dada a continuación se indican en los ejemplos I-IV los resultados de ensayos similares efectuados con un diagrama de equilibrio vapor-líquido, empleando varias proporciones de compuesto tricloro y compuesto dicloro. La volatilidad relativa obtenida en el ejemplo IV está de acuerdo completamente con la cifra 1,00 obtenida como anteriormente se ha descrito.

DESCRIPCION GENERAL DE LA INVENCION

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un nuevo método para la separación de 1,1,1-tricloroetano a partir de mezclas del mismo con 1,2-dicloroetano y/o otras impurezas de hidrocarburos clorados, el cual emplea el principio de la destilación extractiva. En la destilación extractiva, se introduce un disolvente auxiliar, que forma una solución no ideal con la mezcla a separar, como una segunda alimentación en un punto adecuado de la columna de destilación. El disolvente de extracción es uno que es también capaz de alterar la volatilidad del componente deseado



383720

5. de la mezcla, por reducción de su presión de vapor con relación a la de los otros componentes o impurezas. Los productos de cola están constituidos entonces por los componentes indeseados y el disolvente. Este último puede separarse en una segunda columna bajo tales condiciones que el grado de asociación entre el disolvente y los componentes indeseados se reduce, y el disolvente puede ser recuperado y reutilizado.

10. Se ha descubierto, según la invención, que la separación y recuperación de 1,1,1-tricloroetano a partir de clorohidrocarburos que hierven en un punto superior al del 1,1,1-tricloroetano, y en particular a partir de 1,2-dicloroetano, puede ser llevada a cabo con una eficacia desusual, empleando las técnicas de destilación extractiva, mediante la adición a una mezcla del 1,1,1-tricloroetano y otros clorohidrocarburos, de un disolvente de extracción elegido del grupo consistente en: alcohol tetrahydrofurfurílico, anisol, acetato de isobutilo, epiclorhidrina, n-butironitrilo, un nitroalcano, tal como nitroetano o 1-nitropropano, o una mezcla de dos o más de los compuestos anteriores que sean compatibles entre sí y no reactivos mutuamente.

15. Cuando se emplean mezclas de disolventes, pueden ser utilizadas las ventajas de cada uno de ellos mientras que las desventajas de los mismos se reducen al mínimo o se evitan. Por ejemplo, mientras que la epiclorhidrina, nitroetano o nitropropano se encuentran entre los disolventes más efectivos para llevar a cabo la separación deseada del 1,1,1-tricloroetano del 1,2-dicloroetano presente en el destilado bruto, ellos tienden a polimerizar o descomponer y, en consecuencia, tienden a formar unos depósitos indesea-

20.

25.

30.

383720



- blus y potencialmente molestos en la instalación de procesado cuando cualquiera de tales disolventes es utilizado por sí mismo. Mediante el empleo de dichos disolventes en combinación con uno de los más estables pero menos efectivos disolventes, tal como el acetato de isobutilo, se ha encontrado posible al tomar ventaja de la eficacia superior del disolvente menos estable mientras se evita la formación de depósito que normalmente se produce cuando se utiliza por sí mismo. Esta ventaja se obtiene debido a los residuos poliméricos o residuos sólidos o siruposos que se forman a partir del disolvente menos estable los cuales son mantenidos en solución a causa de la presencia del otro disolvente más estable, tal como el acetato de isobutilo, y que puede ser separado finalmente del disolvente mezclado cuando éste último es regenerado en una operación aparte.
- 5.
- 10.
- 15.

- Cuando se utiliza un disolvente multi-componente, la proporción mutua de sus componentes puede variar-se sustancialmente si bien normalmente será ventajoso no tener más del 75 % en peso aproximadamente, con preferencia del 10 o 15 % hasta el 50 % aproximadamente del componente menos estable en la mezcla disolvente. Cuando se utiliza un disolvente mezclado, la volatilidad relativa es aproximadamente un valor medio entre los valores de la volatilidad relativa de los componentes individuales.
- 20.

- Evidentemente, no es deseable normalmente la formulación de un disolvente multi-componente a partir de componentes que tienden a reaccionar entre sí, por ejemplo, no es deseable la utilización de una mezcla de un éster tal como acetato de isobutilo, con un alcohol, tal como alcohol tetrahidrofurfurílico, a la vista de la posibilidad de pro-
- 25.
- 30.



383720

ducirse una transesterificación.

- La proporción efectiva de los disolventes de extracción indicados a utilizar con relación al 1,1,1-tricloroetano no constituye un factor crítico, y puede variarse dentro de amplios límites, en función del tipo y diseño de la columna de destilación, de la naturaleza del disolvente o de la impureza o impurezas a eliminar del destilado en bruto, de las condiciones de la destilación, y de otras variables. Sin embargo, convenientemente, se emplea una cantidad de disolvente que oscila entre un 25 y un 85 % en peso aproximadamente, basado en la composición líquida total, dependiente un poco la concentración óptima del disolvente particular utilizado y de la impureza particular de clorohidrocarburo que se ha de separar. Con preferencia, la concentración del disolvente está comprendida entre un 45 y un 70 % en peso aproximadamente.

- Varios de los disolventes mencionados anteriormente han sido sugeridos en la técnica anterior como estabilizadores para clorohidrocarburos de diversos tipos, pero la cantidad usada para tal finalidad es muy pequeña, generalmente de un 1 % en peso o inferior. Las proporciones requeridas para el propósito de una destilación extractiva están muy por encima de esta cantidad estabilizante. No obstante, cuando se emplean como disolventes de extracción de acuerdo con la invención, los compuestos antes mencionados pueden manifestar también una acción estabilizante beneficiosa incidental.

- Los disolventes extractivos empleados en la práctica de la invención son estables o se descomponen solamente en una extensión muy pequeña bajo condiciones de desti-



383720

lación y se separan fácilmente de los diversos hidrocarburos clorados o impurezas presentes en la mezcla que se ha de purificar.

- Al llevar a cabo la destilación extractiva
5. del 1,1,1-tricloroetano de acuerdo con la invención, el disolvente de extracción se introduce convenientemente en una corriente continua en un punto próximo a la parte superior o la columna de destilación. La mezcla de 1,1,1-tricloroetano-clorohidrocarburo se introduce continuamente en un punto
 10. más inferior de la columna. El producto rico en 1,1,1-tricloroetano se separa continuamente de uno de los platos situados por encima del plato de alimentación para el disolvente de extracción. Las localizaciones relativas de los platos de alimentación y separación de producto dependen del disolvente
 15. particular utilizado. El producto disolvente enriquecido en 1,2-dicloroetano se separa por la cola de la columna. Este producto de cola se envía ulteriormente a una columna auxiliar para recuperar el 1,2-dicloroetano y el disolvente de extracción, y este último se recicla a la columna de destilación
 20. extractiva. Una corriente de purga más ligera elimina los residuos más pesados por la cola de la columna auxiliar.

DESCRIPCION DE LAS VERSIONES PREFERIDAS

=====

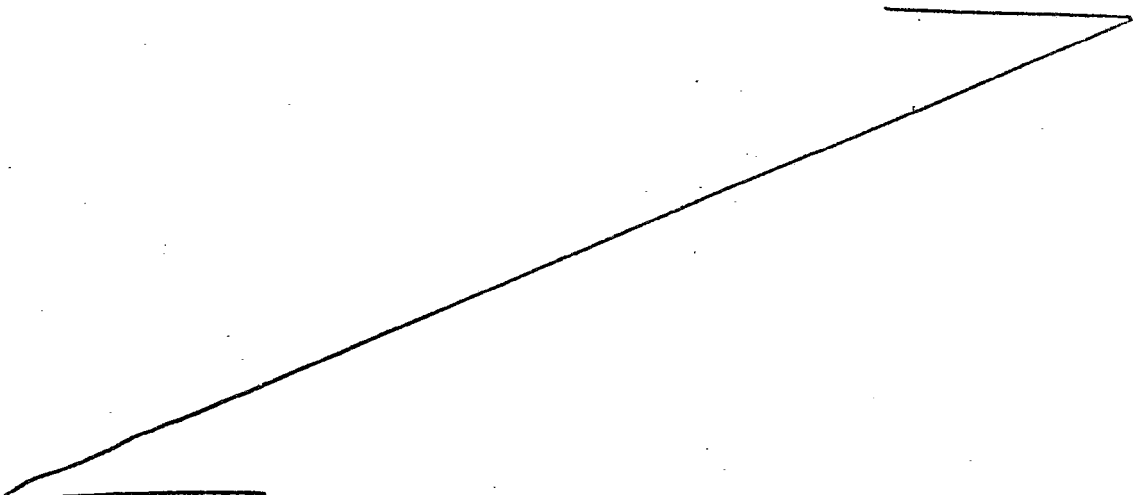
25. Los siguientes ejemplos ilustran la práctica actualmente preferida del procedimiento de la invención, pero los mismos no han de ser considerados como limitativos de la misma.

En la tabla I se encuentran resumidos los resultados de ensayos realizados con un diagrama de equili-



383720

- brio vapor-líquido, que muestra los valores calculados de la volatilidad relativa para el 1,1,1-tricloroetano en relación con el 1,2-dicloroetano, cuando no se emplea ningún disolvente de extracción, así como para varios disolventes de extracción y diversas concentraciones de los componentes en las mezclas. Los ejemplos I-IV muestran la volatilidad relativa calculada a partir de los datos del diagrama de equilibrio para el sistema 1,1,1-tricloroetano/1,2-dicloroetano, con ningún disolvente de extracción presente. Los ejemplos V-XIV muestran los resultados obtenidos al emplear cada uno de los siguientes disolventes de extracción: epiclorhidrina, n-butanitrilo, alcohol tetrahydrofurfurílico, anisol, acetato de isobutilo, nitroetano y 1-nitropropano. Los ejemplos VII-X muestran el efecto de variar la composición de la mezcla a separar o la proporción de disolvente. Así, el ejemplo VIII muestra el efecto de una concentración superior de 1,1,1-tricloroetano en relación al 1,2-dicloroetano utilizando alcohol tetrahydrofurfurílico como disolvente de extracción. El ejemplo IX indica el efecto de disminuir la concentración del disolvente de extracción en la mezcla, cuyo efecto se manifiesta aún más claramente comparando el ejemplo IX con el ejemplo X. El ejemplo XV muestra los resultados al emplear un disolvente mezclado.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.





383720

T A B L A I

Separación por destilación extractiva de 1,1,1-tricloroetano a partir de 1,2-dicloroetano
(Datos del diagrama de equilibrio vapor-líquido)

383720

Ejemplo N°	Composición de la fase líquida, % en peso		Volatilidad relativa *	Presión mm Hg
	Extractante	1,1,1-tri		
I	ninguno	70,06	20,94	730,3
II	ninguno	79,11	20,89	729,7
III	ninguno	96,80	3,20	727,6
IV	ninguno	99,24	0,76	726,4
V	epiclorhidrina	54,43	3,78	711,5
VI	n-butironitrilo	30,62	2,30	717,3
VII	Alcohol tetrahidrofur- furfílico "	25,15	18,00	727,2
VIII	"	34,72	9,23	727,0
IX	"	73,33	0,95	723,0
X	"	37,33	0,20	723,9
XI	anisol	39,09	0,95	---
XII	acetato de isobutilo	40,30	2,48	727,2
XIII	nitroetano	36,74	2,13	722,7
XIV	1-nitropropano	26,96	2,00	720,7
XV	epiclorhidrina acetato de isobutilo }	34,80 (29,81	2,37	716,3

* La velocidad relativa se calculó para 1,1,1-tricloroetano con respecto al 1,2-dicloroetano

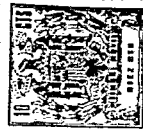
383720

T A B L A I
=====

Separación por destilación extractiva de 1,1,1-tricloro
(Datos del diagrama de equilibrio vapor-líquido)

Ejemplo No	Extractante	Composición de la fase líquida, % en peso		
		Extractante	1,1,1-tri	1,2-di
I	ninguno		70,06	20,94
II	ninguno		79,11	20,89
III	ninguno		96,80	3,20
IV	ninguno		99,24	0,76
V	epiclorhidrina	42,79	54,43	2,78
VI	n-butironitrilo	67,18	30,62	2,20
VII	Alcohol tetrahidrofur- furílico	56,85	25,15	18,00
VIII	"	56,00	34,72	9,23
IX	"	25,72	73,33	0,95
X	"	62,47	37,33	0,20
XI	anisol	59,96	39,09	0,95
XII	acetato de isobutilo	57,22	40,30	2,48
XIII	nitroetano	61,13	36,74	2,13
XIV	1-nitropropano	71,04	26,96	2,00
XV	epiclorhidrina	(33,02	34,80	2,37
	acetato de isobutilo	(29,81		

* La velocidad relativa se calculó para 1,1,1-tricloroetano con
respecto al 1,2-dicloroetano



1,1,1-tricloroetano a partir de 1,2-dicloroetano
(líquido)

383720

Unidad % en peso

1,2-di Volatilidad relativa * Presión mm Hg

29,94	1,20	730,3
20,89	1,16	729,7
3,20	1,10	727,6
0,76	1,08	726,4
2,78	1,68	711,5
2,20	2,33	717,3
18,00	1,79	727,2
9,23	1,95	727,0
0,95	1,37	723,0
0,20	1,81	723,9
0,95	1,50	-----
2,48	1,56	727,2
2,13	1,99	722,7
2,00	1,66	720,7
2,37	1,64	716,3



383720

Los siguientes ejemplos adicionales que emplean alcohol tetrahidrofurfurílico en un sistema continuo ilustran detalladamente la práctica de la invención.

EJEMPLO XVI

5. La instalación consistía en un matraz de tres cuellos de 2.000 ml para un calderín. Se proporcionó un medio para la separación constante del producto de cola con la medición de la proporción y temperatura del mismo. Al matraz estaba unida una columna Uldershaw de vidrio de 25,4 mm, encamisada en vacío, con 20 platos. A la parte superior de la sección con 20 platos, se encontraba unida una sección de entrada de alimentación encamisada en vacío. En la parte superior de la sección de alimentación se instaló una columna de campana de burbujeo de vidrio, Bruun, de 25,4 mm, encamisada en vacío, y con 10 platos. En la parte superior de la sección con 10 platos se colocó otra sección de entrada de alimentación encamisada en vacío. A la parte superior de la sección de alimentación más elevada se encontraba unida una cabeza automática que dividía el líquido y que se encontraba encamisada en vacío. La relación de reflujo estaba controlada mediante un cronómetro. Las dos corrientes de alimentación se precalentaron a la temperatura del material en reflujo en la columna.

En la parte superior de la entrada de alimentación, se alimentó alcohol tetrahidrofurfurílico en una proporción de 268 g por hora. La alimentación de hidrocarburo clorado consistía en una mezcla de 95,9 % en peso de 1,1,1-tricloroetano y 4,1 % en peso de 1,2-dicloroetano. Esta alimentación se introdujo en la entrada inferior de ali-



383720

5. tación en una proporción de 56 g por hora. El producto de cabeza se extrajo a un régimen de 270 g por hora. El producto de cabeza se separó a una relación de reflujo de 3 : 1 y en una proporción de 54 g por hora. Después de varias horas de funcionamiento y del establecimiento del estado óptimo de operación, el análisis demostró que la composición de cabeza consistía en 90,7 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 0,8 % en peso de 1,2-dicloroetano y 0,5 % en peso de alcohol tetrahidrofurfurílico. El producto de cola contenía menos de 0,1 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 1, 0 % en peso de 1,2-dicloroetano y el resto era alcohol tetrahidrofurfurílico.
- 10.

EJEMPLO XVII

15. En este experimento se utilizó la misma instalación empleada en el ejemplo XII con la excepción de que la columna Bruun con campana de burbujeo, de 10 platos, se reemplazó con una columna Oldershaw de 10 platos. La columna se operó al igual que en el ejemplo XII con la excepción de que se utilizó una relación de reflujo de 4:1. De nuevo se empleó alcohol tetrahidrofurfurílico como el extractante y las velocidades de alimentación eran muy próximas a las utilizadas en el ejemplo XII. Una vez que se estableció el equilibrio, se tomaron muestras de los productos de cabeza y de cola. El análisis demostró que la composición de cabeza consistía en un 99,1 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 0,3 % en peso de 1,2-dicloroetano y 0,6 % en peso de alcohol tetrahidrofurfurílico.
- 20.
25. El producto de cola contenía 1,8 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 12,5 % de 1,2-dicloroetano y 85,7 % en peso de alcohol tetrahidrofurfurílico. La eficacia completa de la columna



383720

se estimó en un 50 % y la volatilidad relativa media calculada en la gama entera de composición fué de 1,58.

EJEMPLO XVIII
=====

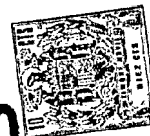
5. A continuación se ilustra la utilidad del acetato de isobutilo como agente de destilación extractiva.

A.- Destilación extractiva
=====

10. Se diseña una instalación de destilación para operación continua empleando dos columnas de fraccionación con tuberías de interconexión para permitir la circulación transversal de las corrientes de cola de las columnas. Una de las columnas se utiliza como una torre de destilación extractiva y la otra como una torre de recuperación de disolvente. La torre de destilación extractiva es una columna de metal Monel con un diámetro de 203,2 mm, con 32 platos, y con un serpentín de vapor de agua interno en la sección de cola para la entrada de calor. La torre de recuperación de disolvente es una columna de metal Monel con un diámetro de 203,2 mm
15. rellena de anillos cerámicos Raschig para formar una sección rellena de 6 metros de profundidad. Ambas columnas se hacen
20. funcionar con una presión de cabeza de 0,7 kg/cm² relativos.

25. En el sexto plato de la torre de extracción, y a un régimen de 8.000 g por hora aproximadamente, se introduce un material de alimentación a 65°C, que contiene 94,5 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 5,2 % en peso de 1,2-dicloroetano y 0,3 % en peso de otros compuestos clorados. El producto de cabeza se extrae de la columna en una proporción de

383720



5.700 gramos por hora aproximadamente, bajo las condiciones ya establecidas, usando una relación de reflujo de 5 : 1.

5. El análisis de la corriente de producto muestra una composición de 99,262 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 0,2690 % en peso de 1,2-dicloroetano, 0,0019 % en peso de acetato de isobutilo, siendo el resto 0,467 % en peso de otros compuestos clorados.

10. La cola de la torre de destilación extractiva se alimenta al punto superior de alimentación en la torre de recuperación de disolvente. Esta corriente es regulada por el control de nivel en la base de la torre de destilación extractiva y contiene principalmente acetato de isobutilo con 1,2-dicloroetano, 1,1,1-tricloroetano y pequeñas concentraciones de otros compuestos clorados. En la torre de recuperación de disolvente, estos compuestos clorados se separan del acetato de isobutilo y se extraen por cabeza a una velocidad de 2.500 gramos por hora aproximadamente. El análisis de la corriente de cabeza de la torre de recuperación de disolvente muestra un 83,773 % en peso de 1,1,1-tricloroetano,

15. 15,573 % en peso de 1,2-dicloroetano, 0,412 de acetato de isobutilo y 0,2427 % en peso de otros compuestos clorados. La corriente de cola de la torre de recuperación de disolvente, que contiene el acetato de isobutilo casi puro, se precalienta a 80°C y se vuelve a alimentar a la torre de destilación extractiva en el plato 24 para volverse a utilizar como extractante. La velocidad de flujo de esta corriente es de 20.400 gramos por hora aproximadamente.

20. 25.

B.- Destilación sin disolvente



383720

- A modo de comparación general, a continuación se indican los datos de una destilación continua conducida sin el empleo de disolvente extractivo. En este experimento, una columna de metal Monel de 203,2 mm de diámetro, con
5. 32 platos, que tenía un serpentín interno de vapor de agua en la sección de cola para la entrada de calor, se hizo funcionar con una presión de cabeza de $0,21 \text{ kg/cm}^2$ relativos. En un punto de alimentación próximo a la sección inferior de la columna, y en una proporción de 3.400 gramos por hora aproximadamente,
10. se introdujo un material de alimentación que contenía 96,61 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 3,33 % en peso de 1,2-dicloroetano y pequeñas cantidades de otros compuestos clorados. El producto de cabeza se extrajo a un régimen de 2.720 gramos por hora aproximadamente. Mediante análisis se
15. demostró que la composición de esta corriente consistía en 98,72 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 1,17 % en peso de 1,2-dicloroetano, siendo el resto otros compuestos clorados. En la corriente de reflujo de la columna, se inyectaron pequeñas cantidades de metilcarbitol y óxido de estireno, como estabilizadores para el 1,1,1-tricloroetano. El flujo de cola de la
20. columna fué controlado a una velocidad media de 600 gramos por hora aproximadamente y contenía 87,18 % en peso de 1,1,1-tricloroetano y 10,80 % en peso de 1,2-dicloroetano, estando compuesto el resto de compuestos clorados más pesados.
25. Comparando los resultados de este experimento con los obtenidos por destilación extractiva en presencia de acetato de isobutilo, resulta evidente que la pureza de producto expresada en términos de la concentración de impurezas presentes era casi dos veces tan buena en la destilación extractiva que en la destilación directa incluso aunque la concen
- 30.

383720



tracion de impurezas en el material de alimentación así como el régimen de alimentación a la columna de destilación fueran muy sustancialmente inferiores en el último que en primer experimento.

5.

EJEMPLO XIX
=====

A continuación se indica la utilidad de una mezcla de acetato de isobutilo y epiclorhidrina como agente de destilación extractiva para la separación de 1,1,1-tricloroetano y 1,2-dicloroetano.

10.

Utilizando el aparato de destilación de 2 columnas descrito en el ejemplo XVIII, parte A, un material de alimentación consistente, según análisis, de 94,524 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 4,979 % en peso de 1,2-dicloroetano, con 0,497 % en peso de otros compuestos, se introdujo en el sexto plato de la columna de destilación extractiva a una velocidad de 8.000 gramos por hora aproximadamente y a una temperatura de 65°C, con una presión en la cabeza de 0,7 kg/cm² relativos. El producto de cabeza se extrajo a una velocidad de 5.700 gramos por hora aproximadamente con una relación de reflujo de 5:1.

15.

20.

El análisis demuestra una composición del producto de 99,213 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 0,1599 % en peso de 1,2-dicloroetano, 0,0175 % en peso de acetato de isobutilo, 0,2037 % en peso de epiclorhidrina, siendo el resto otros compuestos clorados.

25.

El flujo de cola, que contiene principalmente acetato de isobutilo y epiclorhidrina con algo de 1,2-dicloroetano y 1,1,1-tricloroetano, se alimenta mediante un



383720

- control de nivel a la parte superior de dos puntos de alimentación en la columna de recuperación de disolvente, en donde los compuestos clorados son separados de la mezcla disolvente y extraídos por cabeza a una velocidad media de 2.520 gramos por hora aproximadamente. Este flujo está compuesto de
5. 81,754 % en peso de 1,1,1-tricloroetano, 16,287 % en peso de 1,2-dicloroetano, 0,385 % en peso de acetato de isobutilo, 1,424 % en peso de epiclorhidrina, siendo el resto otros compuestos clorados.
10. La columna de recuperación de disolvente se opera con la misma presión de cabeza que la columna de destilación.
15. La corriente de cola de la torre de recuperación de disolvente que contiene 57,164 % en peso de acetato de isobutilo, 41,284 % en peso de epiclorhidrina, 0,409 % en peso de acetato de n-butilo siendo el resto otros componentes más pesados, se precalienta a 88°C y se recicla al plato 24 de la torre de destilación extractiva para reutilizarla como extractante. La velocidad de flujo de esta corriente es
20. de 20.400 gramos por hora aproximadamente.
25. Según se puede observar la pureza del producto, en términos de impurezas totales presentes, es prácticamente tan buena aquí como en el ejemplo XVIII, parte A, pero la concentración de 1,2-dicloroetano en el producto es significativamente inferior cuando el disolvente mezclado se utiliza como agente de destilación extractiva.

N O T A
=====

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, de-

383720



5. he 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 corresponde a una solicitud de patente en Norteamérica nº 862.950 de 1 de octubre de 1969 y a su certificado de adición CIP nº 57.804 de 23 de julio de 1970, acciéndose 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, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION Y RECUPERACION DE 1,1,1-TRICLOROETANO, A PARTIR DE IMPUREZAS DE CLOROHIDROCARBUROS CONTENIDOS EN AQUEL, caracterizándose por lo siguiente:

15. 1.- Procedimiento para la separación y recuperación de 1,1,1-tricloroetano, a partir de impurezas de clorohidrocarburos contenidos en aquel, caracterizado porque comprende introducir en una mezcla en destilación de 1,1,1-tricloroetano y un contaminante de clorohidrocarburo de superior punto de ebullición, una cantidad extractiva de un disolvente de extracción seleccionado del grupo consistente en nitroetano, 1-nitropropano, epiclorhidrina, n-butironitrilo, alcohol tetrahidrofurfurílico, anisol, acetato de isobutilo y mezclas de dos o más de dichos disolventes; destilar el destilado resultante que contiene disolvente para separar del mismo un vapor enriquecido en 1,1,1-tricloroetano; y condensar dicho vapor enriquecido para recuperar el 1,1,1-tricloroetano purificado.

30. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción de dicho disolvente de extracción oscila del 25 al 85 % en peso aproximadamente con

383720



respecto al 1,1,1-tricloroetano presente.

- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque dicho disolvente de extracción enriquecido con clorohidrocarburos se extrae del sistema y el disolvente se separa y recicla a la mezcla de destilación.
5. 4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el contaminante de clorohidrocarburo es principalmente 1,2-dicloroetano.
10. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el disolvente de extracción comprende acetato de isobutilo.
15. 6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el disolvente de extracción es una mezcla que comprende no menos del 50 % de acetato de isobutilo y del 10 al 50 % de epíclorhidrina o nitroetano.
20. 7.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el disolvente de extracción comprende un nitroalcano que tiene de 1 a 2 átomos de carbono por molécula.
25. 8.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el disolvente de extracción comprende n-butironitrilo.
- 9.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el disolvente de extracción comprende alcohol tetrahidrofurfurílico.
- 10.- Procedimiento para la separación y recuperación de 1,1,1-tricloroetano, a partir de impurezas de clorohidrocarburos contenidos en aquel, tal y como queda sustancialmente descrito.



383720

Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a
máquina por una sola cara.

- 1 MAR. 1973

Madrid

VULCAN MATERIALS COMPANY

J. GÓMEZ ACEBO Y MOJER
S. A. Filiales L. Costa Ezequiel

A large, stylized handwritten signature in dark ink, written over the typed name of the company.