

00365

Int. Cl. C07C, G05d



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

400365

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

PATENTE DE INTRODUCCION

SOLICITANTE: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

RESIDENCIA: WILMINGTON, Delaware, USA.

ENUNCIADO: "UN SISTEMA PARA CONTROLAR UN PROCE-
DIMIENTO DE MANUFACTURA DE CLOROME-
TANOS".

Prioridad: Patente n.º del

ES

**POOR
QUALITY**

400365

- 2



1 Esta invención se refiere a un sistema para el control de un procedimiento para la producción de clorometanos, haciendo reaccionar continuamente cloruro de metilo y cloruro de metileno con cloro a temperaturas y presiones supercríticas, de acuerdo con las enseñanzas de la patente estadounidense nº 3.502.734, concedida el 24 de Marzo de 1970 a R.M. Baird y colaboradores. Más que controlar la operación total del proceso, este sistema de control evita la aparición de condiciones de operación peligrosas que pueden conducir a posibles explosiones, mediante el cierre de la alimentación de cloro y, si es necesario, el lavado del equipo de procesado, según las condiciones del proceso.

5
10
15 En el procedimiento de la patente antes identificada, el cloruro de metilo y el cloruro de metileno se hacen reaccionar con cloro para producir cloruro de metileno y cloroformo, a presiones elevadas de 65 atmósferas como mínimo y temperaturas iniciales comprendidas entre 120° y 230°C. Como la reacción es exotérmica, la temperatura de reacción asciende por encima del intervalo en el que es iniciada la reacción, pero una gran capacidad calorífica dentro de este intervalo de temperatura reducirá el aumento de temperatura. La temperatura de reacción no debe alcanzar un máximo superior a unos 450°C.

20
25 El procedimiento de la patente mencionada opera preferiblemente mezclando los materiales de alimentación cloro y el metano parcialmente clorado seleccionado (denominado algunas veces en lo que sigue "el compuesto orgánico") en un tanque mezclador, mediante boquillas, después pasando los materiales mezclados por un precalentador que eleva su temperatura hasta el valor deseado y después pasándolos por un reacc-

30



400365

1 tor tubular donde tiene lugar la reacción exotérmica. En
el extremo de salida del reactor tubular, unas válvulas de
control de la presión mantienen la presión de operación a
un nivel adecuadamente alto para evitar la aparición de una
5 fase de vapor y adecuadamente alto para aprovechar la gran
capacidad calorífica exactamente por encima de las condicio
nes supercríticas de temperatura y presión. El producto es
después refinado para producir las purezas deseadas de los
diversos productos.

10 El enriquecimiento en cloro en el material de ali-
mentación puede conducir a condiciones peligrosas y posible-
mente explosivas. El procedimiento funciona con una relación
molar de cloro a metano parcialmente clorado en los materia
les de alimentación mezclados del orden de 1:3 a 1:12. Para
15 evitar la aparición de condiciones peligrosas de operación,
deben evitarse incluso las concentraciones localizadas de
cloro o concentraciones de corta duración.

Las condiciones que pueden conducir a concentracio
nes indeseables de cloro son el fallo parcial o completo del
20 abastecimiento de compuesto orgánico, la pérdida de presión en
el reactor que podría producir la vaporización de las sustan
cias reaccionantes con enriquecimiento en cloro de la fase
de vapor y la apertura de las válvulas de abastecimiento de
cloro hasta un grado superior al deseado. Asimismo, cualquier
25 retraso de tiempo inherente a los procesos correctivos progra
mados para operar cuando se ha producido una de estas condi
ciones indeseables debe ser tenido en consideración, de mane
ra que durante ese intervalo de tiempo no puedan acumularse
concentraciones peligrosas de cloro.

30 El sistema de control de esta invención utiliza la

400365 - 2



1 supervisión constante mediante un ordenador de medida redundante de cada uno de los tres parámetros y elimina las condiciones peligrosas por dos medios diferentes que entran en juego mediante señales procedentes del ordenador. Dos caudalímetros se encuentran situados en serie en la línea de alimentación de cloro, así como en la línea de alimentación de compuesto orgánico. Para medir la presión del reactor, a la salida del mismo se encuentran en serie dos manómetros. Ciertas condiciones indeseables pueden ser aliviadas interrumpiendo el abastecimiento de cloro, mientras que otras condiciones más severas exigen el lavado del equipo del proceso y la interrupción del abastecimiento de cloro.

15 El uso de dos aparatos para medir cada uno de los tres parámetros contribuye al control preciso indicando cuando un aparato ha fallado o se ha desviado de su valor calibrado. Las señales procedentes de los dos aparatos de cada pareja son introducidas en un comparador que indica la magnitud de la diferencia entre las dos señales. Excepto en el caso altamente improbable de desplazamiento en la misma dirección y en el mismo grado al mismo tiempo entre ambos aparatos de una pareja, el comparador detectará cualquier desplazamiento significativo en cualquiera de los mismos. Si una pareja de aparatos que mide las mismas funciones se desvía demasiado de la lectura del mismo valor en ambos aparatos de la pareja, por ejemplo alrededor del 3 % o más, la corriente de cloro es interrumpida. Para garantizar la precisión, todos los aparatos están cuidadosamente calibrados y las alimentaciones de cloro y compuesto orgánico son filtradas para evitar la acumulación de contaminantes en los aparatos medidores.



400365²

1 Los caudales de cloro y material de alimentación
orgánico son controlados con un ordenador analógico que ge-
nera, sobre la base de tiempo real, una línea de cierre
para indicar un enriquecimiento indeseable de cloro y ga-
5 rantizar un caudal de compuesto orgánico adecuado para el
caudal de cloro medido real. Si el caudal de cloro medido
supera al representado por la línea de cierre al nivel real
del caudal de compuesto orgánico, se interrumpe la corriente
de cloro. Para defenderse de un desplazamiento en cualquier
10 generador, se emplean dos generadores de la función de lí-
nea de cierre. Si los valores de cierre difieren en más de
0,25 %, se interrumpe la corriente de cloro. En la siguien-
te tabla se dan varios puntos de una línea de cierre deseada.

	<u>Caudal de producto orgánico</u>	<u>Caudal de corriente máximo</u>
15	22.800 kg/hora	4.870 kg/hora
	20.400	4.300
	18.200	3.730
	15.900	3.140

20 Este procedimiento evitará el aproximarse a un
límite explosivo inferior de $W_z(\text{max})/W_o = 0,2325$ donde
 W_c y W_o son los caudales en peso de compuesto orgánico y
cloro, respectivamente.

25 En combinación con los dos manómetros situados
a la salida del reactor se encuentran dos válvulas de des-
censo de la presión. La primera se ajusta para mantener la
presión alrededor de $106,5 \text{ kg/cm}^2$ y la segunda se ajusta
para mantener alrededor de 103 kg/cm^2 . Si la presión des-
ciende hasta unos $101,2 \text{ kg/cm}^2$, el sistema de control inte-
rumpe la corriente de cloro e inicia la acción de lavado,
30 descrita más adelante.



400365 - 2

1 Se han discutido las señales de entrada al siste
ma de control y se han indicado las acciones iniciadas por
las desviaciones de varios tipos. La primera acción, inte-
rumpir la corriente de cloro cerrando la línea de aliment-
5 tación de cloro cuando se han indicado unas condiciones de
cierre, no requiere ninguna explicación más. La acción de
lavado será explicada a continuación.

10 El lavado es efectuado introduciendo cloruro de
metilo a través del tanque de mezcla y después a través del
precalentador y del reactor tubular para mantener las sus-
tancias reaccionantes presurizadas en todos los puntos des-
pués de que han sido mezcladas y completar la reacción de
todo el cloro que pueda encontrarse en el sistema. Natural-
mente, los abastecimientos de cloro y de alimentación de
15 compuesto orgánico se cierran cuando se inicia la acción
de lavado. Un tanque de lavado se mantiene lleno de cloru-
ro de metilo suficiente para empujar a través de todo el
equipo de procesado, comprendido el tanque mezclador, el
precalentador, el reactor y las líneas de conexión, todas
20 las sustancias reaccionantes que se encuentran en ellos.
Se ha seleccionado el cloruro de metilo debido a su capaci-
dad para reaccionar con cualquier exceso de cloro que pudie-
ra encontrarse en el sistema.

25 Preferiblemente, el tanque lavador de cloruro de
metilo está presurizado con nitrógeno gaseoso. Sin embargo,
como la solubilidad del nitrógeno en el cloruro de metilo
es bastante alta, del orden del 25 % o mayor bajo diversas
condiciones, el nitrógeno presurizado está separado del tan-
que de lavado mediante válvulas de control redundantes para-
30 lelas. Al recibir la señal de iniciar la acción de lavado,



1

5

10

15

20

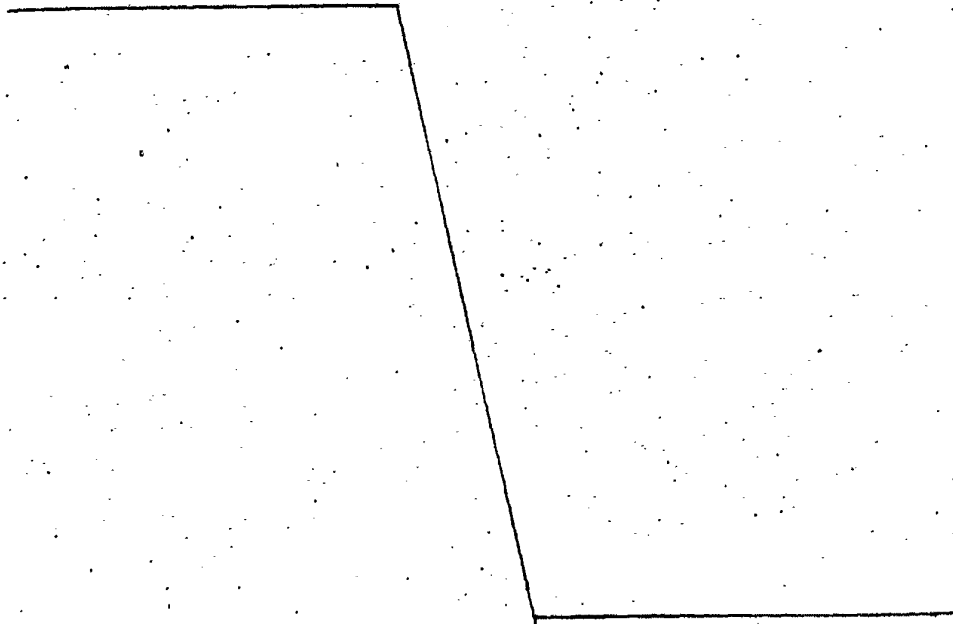
25

30

estas dos válvulas se abren prontamente. Incluso aunque una se atasque, la otra se abre. Análogamente, se colocan válvulas paralelas en la línea entre el tanque de lavado y el tanque mezclador. Un orificio, situado en la línea común más arriba de las válvulas entre el tanque de lavado y el tanque mezclador, tiene un tamaño adecuado para que pase un caudal de gas de lavado suficiente para mantener la presión del reactor en un valor igual o superior a $92,5 \text{ kg/cm}^2$ hasta que las sustancias reaccionantes han sido expulsadas del reactor, incluso aunque ambas válvulas de descenso de la presión fallaran en la posición totalmente abierta.

Las operaciones con este sistema de control han demostrado su capacidad para cerrar y lavar el equipo de proceso con rapidez suficiente para evitar accidentes después de los diversos tipos de posibles desviaciones antes discutidos.

En resumen, la Patente de Introducción que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:



400365-2



REIVINDICACIONES

1. Un sistema para controlar un procedimiento de manufactura de clorometanos por reacción de cloruro de metilo y cloruro de metileno con cloro, a temperaturas y presiones supercríticas, para producir cloruro de metileno y cloroformo, estando caracterizado dicho sistema por comprender medios para evitar un enriquecimiento excesivo en cloro a proporciones peligrosas, cuyos medios comprenden:

A. supervisar mediante parejas redundantes de aparatos medidores el caudal de la alimentación de cloro y de la alimentación de compuesto orgánico y la presión del reactor,

B. interrumpir la corriente de cloro si las proporciones de cloro a material de alimentación orgánico se apartan de los valores deseados en más de una cantidad determinada o si las señales procedentes de cada uno de los aparatos de cada pareja se desvían de la otra señal de la pareja en más de una cantidad determinada y

C. lavar el equipo de procesado purgándolo con cloruro de metilo, si la presión de reacción desciende por debajo de un nivel determinado.

2. Un sistema de control según la Reivindicación 1, en el que el lavado del sistema purgándolo con cloruro de metilo se realiza forzando cloruro de metilo a través del equipo de procesado mediante nitrógeno gaseoso presurizado.

3. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Introducción que se solicita: "UN SISTEMA PARA CONTROLAR UN PROCEDIMIENTO DE MANUFACTURA DE CLOROMETANOS".

1
5
10
15
20
25
30

Handwritten signature or initials.



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de nueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 2 de marzo de 1972.

5

BERNARDO UNGRIA

p.p. *[Handwritten signature]*

10

15

20

25

[Handwritten initials]

30