



418174

Int. Cl.: C07C

PATENTE DE INVENCION
=====

por: "Procedimiento para la fabricación de
derivados clorados del etileno".

5 A favor de ELECTRO-QUIMICA DE FLIX, S.A., entid-
dad de nacionalidad española, residente en Pa-
seo de Gracia, 56, BARCELONA.

MEMORIA DESCRIPTIVA
=====

10 Se refiere la presente invención a un procedimien-
to para la fabricación de derivados clorados del etileno,
que simplifica notablemente los practicados hasta ahora al
mismo efecto, presentando sobre éstos la ventaja de ser

418174



perfectamente controlable y de llevarse a cabo a presión normal y a bajas temperaturas.

El proceso consiste en una cloración del etileno bajo la acción de la luz, en el seno de un disolvente clorado que puede ser: Dicloroetano, tricloroetano, tetraclo-
5 roetano, pentacloroetano, o una mezcla definida de los mismos.

Los distintos porcentajes de composición de las mezclas que se obtienen dependen evidentemente de la rela-
10 ción cloro-etileno de alimentación y, sobre todo, del reciclado mantenido en el reactor de cloración.

De la mezcla obtenida se separan por fraccionamiento en cabezas los compuestos menos clorados, que se vuelven a reciclar al reactor, quedando en colas los pro-
15 ductos más clorados que se desean obtener.

De las cloroparafinas así obtenidas se pueden pasar a las correspondientes cloroolefinas (dicloroetileno, tricloroetileno y percloroetileno) por cualquiera de los procedimientos habituales de deshidrocloración: lechada de
20 cal, craking térmico, descomposición catalítica, etc.

La temperatura de la reacción es perfectamente controlable y puede mantenerse entre 10 y 80°C. especial-
mente 25°C. por medio de un intercambiador de calor y gracias a la circulación continua de líquido, dentro del reac-
25 tor.

La cloración, bajo la acción de la luz, es ya muy conocida y no reviste novedad alguna en la industria química. La principal innovación, en el proceso que se describe,



24 AGO

está en mantener un equilibrio en la composición del líquido contenido en el reactor. Este equilibrio se consigue mediante la relación cloro/etileno de la alimentación y por la cantidad de líquido reciclado que contiene los derivados menos clorados.

Variando estos factores se obtiene la mezcla de disolventes con los porcentajes que interesen (dentro de unos ciertos límites) en orden al beneficio de alguno de ellos en concreto.

Este procedimiento ha sido desarrollado en una planta piloto que ilustra esquemáticamente en la hoja de dibujos anexa a la presente memoria. Consta fundamentalmente dicha planta de un reactor de 70 litros de capacidad (1) lleno con una mezcla de disolventes clorados. El etileno y cloro entran en el interior del reactor (líneas a y b) cuyo medio diluyente está en continuo reciclado por una bomba centrífuga (línea l). Los productos obtenidos son enviados (línea c) a una columna de destilación adecuada (3), de donde los productos recogidos en la cabeza de la columna, formados casi exclusivamente por los derivados clorados con menos cloro, son introducidos de nuevo en el reactor (línea d y j) con intercalamiento del absorbedor (2), saliendo por colas (línea e) el derivado más clorado que se desea obtener.

La línea i indica los gases que van al absorbedor y la k representa una expansión.

A continuación se exponen unos ejemplos en los que se discuten las composiciones de equilibrio adecuadas para el caso de querer obtener tetracloroetanos.

418174

4

24 AGO. 1972



EJEMPLO I

Estando el líquido del reactor a 25°C. y con la siguiente composición de equilibrio: Dicloroetano 60%, tricloroetano 35%, tetracloroetano 5% (expresiones referidas a peso) se alimenta con 1,25 m³/h de etileno y 2,50 m³/h de cloro, obteniéndose 8,7 kgs/h de tetracloroetano y reciclándose continuamente al reactor, a través del absorbedor, 104,3 kgs. de dicloroetano y 61,-kgs de tricloroetano para mantener la composición de equilibrio, lo que supone un reciclado casi 25 veces superior al volumen producido, o sea de un 94% en peso (96% en volumen) de los 140 l/h de líquido que pasan por el reactor. El rendimiento es prácticamente cuantitativo.

EJEMPLO II

A la misma temperatura de reacción del ejemplo anterior y con un líquido cuya composición de equilibrio está formada por dicloroetano 18%, tricloroetano 56%, tetracloroetano 24%, pentacloroetano 2%. Se alimenta con 1,25 m³/h de etileno y 3,15 m³/h de cloro. Se produce en total 9 kgs./h de producto, siendo 8,10 kgs. tetracloroetano y 0,90 pentacloroetano. Se reciclan a través del absorbedor 6,26 kgs. dicloroetano y 18,10 kgs. tricloroetano, lo que supone aproximadamente un reciclado en volumen de tres veces y media lo producido, o sea de un 68% en peso (77% en volumen) de los 24,5 l/h que pasan por el reactor.

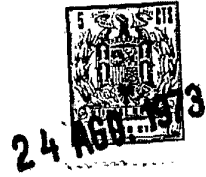
EJEMPLO III

A igual temperatura y una composición del líquido contenido en el reactor de 10% dicloroetano, 39% tricloroetano, 38% tetracloroetano, 12% pentacloroetano, 1% hexacloroetano. Se alimenta con 1,25 m³/h de etileno y 3,75 m³/h de cloro y se obtiene un producto bruto de 9,13 kgs/h con la siguiente composición: 6,80 kgs. tetracloroetano, 2,15 kgs. pentacloroetano y 0,18 hexacloroetano. Se reciclan, a través del absorbedor, 1,79 kgs. de dicloroetano y 6,98 kgs. de tricloroetano lo que supone un reciclado de 1,2 veces el volumen producido, o sea del 51% en peso (55% en volumen) de los 12,3 l/h de líquido que pasan por el reactor.

De los tres ejemplos expuestos, el segundo resulta el más adecuado para la obtención de tetracloroetano ya que supone una formación mínima de pentacloroetano, frente al tetracloroetano, y además el reciclado de productos es muy inferior al necesario en el primer ejemplo. Por el contrario en el tercer caso el reciclado es mínimo, pero es grande la cantidad de pentacloroetano que aparece, siendo igualmente considerable el hexacloroetano existente en el producto, por lo que no resulta útil en la obtención de tetracloroetano aunque si lo sería para la de pentacloroetano.

Los ejemplos 1 y 3 son casos extremos que se exponen para aclarar esta discusión sobre la composición más adecuada de la mezcla en el reactor, Evidentemente, existen otros casos intermedios o diferentes que igualmente podrían presentarse.

478174



En la ejecución práctica de la presente patente de invención, podrán variar cuantos detalles de cualquier índole no afecten, cambiándola o modificándola, a su propia esencialidad.

5

N O T A
=====

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

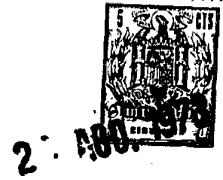
10 1º.- Procedimiento para la fabricación de derivados clorados del etileno, que se caracteriza por el siguiente proceso operativo: Se dispone de un reactor por el que circula continuamente un disolvente que puede ser dicloroetano, tricloroetano, tetracloroetano, pentacloroetano o una mezcla de dichos derivados clorados de composición variable cuyo porcentaje en peso está comprendido entre los siguientes márgenes: 1,2 dicloroetano del 10 al 90 por ciento; 1,1,2 tricloroetano del 35 al 70 por ciento; 1,1,1,2 y 1,1,2,2, tetracloroetano del 0 al 50 por ciento; y pentacloroetano del 0 al 30 por ciento. El referido reactor es alimentado con cloro y etileno en una relación adecuada que puede variar de una a cuatro y se recicla continuamente una mezcla de disolventes cuya composición y cantidad vienen establecidos por la composición de equilibrio que se desea mantener en el reactor. La cloración del etileno tiene lugar precisamente bajo la acción de la luz. Del reactor se extrae por rebose la mezcla de disolventes

15

20



418174



con dicha composición de equilibrio, separándose por fraccionamiento, en cabezas, los disolventes menos clorados que se reciclan íntegramente al reactor, y por colas, el producto que se desea obtener, a saber: tricloroetano, tetracloroetano o pentacloroetano, concurrendo la particular circunstancia de que la composición de equilibrio en la mezcla se logra y se mantiene constante reciclando al reactor la cantidad que corresponda en la misma a los disolventes menos clorados, que está en relación directa con la alimentación de cloro y etileno, siendo también característico que se trabaja a presión normal, regulándose la temperatura de reacción entre 10 y 80°C. especialmente 25°C, por medio de un intercambiador de calor y gracias a la circulación continua del líquido dentro del reactor.

2º.- Procedimiento para la fabricación de derivados clorados del etileno según las reivindicaciones 1) que se caracteriza por el hecho de que la cloración de etileno que se lleva a cabo en presencia de luz, se efectúa en el seno de una mezcla de dicloroetano y tricloroetano, o en mezclas de estos con tetracloroetanos, o en mezcla de los anteriores con pentacloroetano, según se pretenda obtener, respectivamente, tricloroetano, tetracloroetano, o pentacloroetano.

3º.- PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE DERIVADOS CLORADOS DEL ETILENO.

Consta la presente memoria de ocho hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara, acompañada de una hoja





24 AGO 1973

418174

de dibujos.

Madrid, 24 AGO. 1973

ELECTRO-QUIMICA DE FLIX, S.A.

p.a.

PEDRO SUGRAÑES FERRER

p. p.

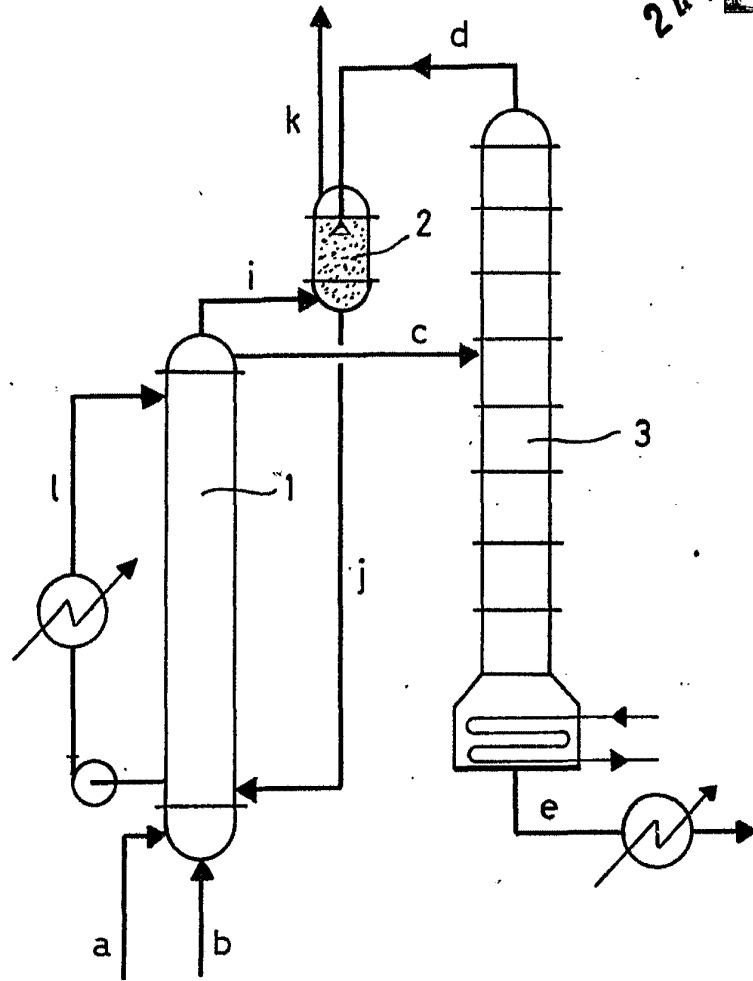
[Handwritten signature]

Fdo. Pedro Sugañes Ferrer

[Handwritten mark]



24 AGO 1973



Madrid, 24 AGO. 1973

p.a.

PEDRO SUGRAÑES FERRER

P. P.

fdo. Pedro Sograñes Ferrer

escala variable