



10 ES	11	454902	12 A 1
21	FECHA DE PRESENTACION		
22	8.1.77		

P.- 64.759

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
647.687	9.1.76	EE.UU.
742.045	15.11.76	EE.UU.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B01J;C07C	

64 TITULO DE LA INVENCION
"METODO PARA TRATAR UNA CORRIENTE GASEOSA QUE CONTIENE HIDROCARBURO DE C ₂ -C ₄ HALOGENADO"

71 SOLICITANTE (ES)
PPG INDUSTRIES, INC.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
One Gateway Center, Pittsburgh, Pensilvania 15222, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)
Edward John Sare y Jerome Michael Lavanish

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ

P.- 64.759

1

Descripción de la invención

Los hidrocarburos de C_2-C_4 halogenados, p. ej. clorados y bromados, se usan comercialmente en muchas aplicaciones. Por ejemplo, el cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno se usan para preparar polímeros y copolímeros útiles. Otros hidrocarburos de C_2 clorados, tales como metil-cloroformo (1,1,1-tricloroetano) y tricloroetileno, son útiles como disolventes, y se emplean para desengrasar metales. El dicloruro de etileno y el dibromuro de etileno se usan en la gasolina como parte de formulaciones antide-

5
10

10

10

15

15

20

25

30

Recientemente se ha señalado que el cloruro de vinilo es sospechoso de ser carcinógeno, y en consecuencia se han restringido con severidad los niveles de exposición para seres humanos. En las zonas en que el cloruro de vinilo se prepara o se usa, p. ej. se polimeriza, se pueden producir corrientes gaseosas de proceso que contienen cantidades relativamente pequeñas, pero aún objetables, de cloruro de vinilo que no se puede recuperar económicamente. Entre tales corrientes de proceso se pueden incluir purgas a la atmósfera conectadas a equipo del proceso, tal como purgas a la atmósfera del reactor, separador, condensador y secador, purgas a la atmósfera de depósitos de almacenamiento, y purgas a la atmósfera de zonas, p. ej. purgas a la atmósfera del edificio del reactor. Así, existe la necesidad de un método para destruir o reducir significativamente el contenido de cloruro de vinilo en tales corrientes gaseosas. Puede existir una necesidad similar para corrientes gaseosas de proceso que contengan otros hidrocarburos de C_2 , C_3 y C_4 clorados y bromados.

1 Se ha señalado que ciertos hidrocarburos clora-
dos tales como metil-cloroformo, cloruro de vinilideno,
tricloroetano, tetracloroetano y cloroformo, son suscepti-
bles, en grados variables, de descomposición catalizada
5 por Hopcalite, con aire humidificado (aproximadamente 50
por ciento de humedad relativa), a temperaturas mayores
que 300°C, p. ej. 305°C-415°C. Véanse, por ejemplo, los
artículos "Catalytic Combustion of Atmospheric Contaminants
Over Hopcalite", por J. G. Christian y otros, Int. J. Air
10 Wat. Poll., Pergamon Press 1965, vol. 9, págs. 1-10, y
"Catalytic Decomposition of Halogenated Hydrocarbons over
Hopcalite Catalyst", por J. K. Musick y otros, Ind. Eng.
Chem., Prod. Res. Develop., vol. 13, nº 3, 1974, págs.
175-179.

15 Se ha descubierto ahora que el contenido de hi-
drocarburo de C_2-C_4 halogenado, p. ej. clorado y bromado,
p. ej. hidrocarburo de C_2 clorado y bromado, en corrientes
gaseosas, p. ej. corrientes de aire, que los contienen, se
puede reducir sustancialmente poniendo en contacto tal hi-
drocarburo halogenado con gas que contiene oxígeno, en pre-
20 sencia de catalizador de óxido de cobalto, a temperaturas
de 20°C a 500°C, p. ej. 80-100°C. Se ha hallado que las
temperaturas de la porción inferior del intervalo, p. ej.
desde la temperatura ambiente, es decir, 20-23°C, hasta
25 80°C, son eficaces durante períodos de tiempo cortos. Las
temperaturas mayores que 100°C, p. ej. 100°C-300°C, son
especialmente útiles. Más en particular, se ha hallado que
los hidrocarburos de C_2 clorados, tales como cloruro de
vinilo, cloruro de vinilideno, metil-cloroformo y tricloro-
30 etileno, se pueden eliminar de corrientes gaseosas, p. ej.

1 aire, que los contienen, a temperaturas relativamente suaves, en presencia de un catalizador de óxido de cobalto hidratado, y bajo condiciones de baja humedad relativa, p. ej. menos que 5 por ciento (medida a 23°C). El mecanismo exacto por el que el hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado se elimina de la corriente gaseosa no se conoce con certeza absoluta; pero, por la evidencia de que se dispone, se cree que la descomposición por oxidación (incineración) es un mecanismo principal. Otros mecanismos, p. ej. deshidrocloración, también pueden jugar un papel en la eliminación de tales hidrocarburos halogenados de la corriente gaseosa.

La temperatura a que se efectúa el procedimiento de la presente invención puede variar dentro del intervalo antes mencionado de 20°C-500°C, y típicamente se regulará dentro de dicho intervalo, dependiendo de la humedad relativa de las corrientes gaseosas en contacto con el catalizador, es decir, la humedad relativa de la zona de reacción, p. ej. zona de incineración, para conseguir una actividad catalítica significativa. Bajo condiciones de baja humedad relativa se pueden usar temperaturas en la parte baja del intervalo antes mencionado, p. ej. 20-110°C. Por ejemplo, a una humedad relativa de menos que 2 por ciento en peso, el contenido de cloruro de vinilo en una corriente gaseosa sintética se puede reducir sustancialmente, p. ej. de aproximadamente un nivel de 50 ppm a niveles no detectables (0,5 ppm), a temperaturas de 100-110°C, p. ej. 104°C, cuando se usa un catalizador de óxido de cobalto hidratado y un caudal de gas sintético sobre el catalizador de 9 litros por hora. Cuando la humedad relativa de la corriente gaseosa es mayor que 5 por ciento en peso se pueden requerir tem

1 peraturas mayores que 110°C para mantener la actividad catalítica bajo condiciones similares.

Descripción detallada

5 Los hidrocarburos de C_2-C_4 a que se puede aplicar el procedimiento de la presente invención son hidrocarburos clorados y bromados que contienen de dos a cuatro átomos de carbono, y de 1 a 4, preferiblemente 1 a 3, más preferi-
blemente no más de 2, átomos de halógeno por molécula. Entre los ejemplos de tales hidrocarburos halogenados se in-
10 cluyen: cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, metil-cloroformo (1,1,1-tricloroetano), 1,1,2-tricloroetano, tricloroetileno, percloroetileno, bromuro de vinilo, bromu-
ro de vinilideno, dicloroetano, dicloruro de etileno, dibro-
muro de etileno, cloruro de propilo, bromuro de propilo,
15 cloruro de isopropilo, 1-, 2- y 3-cloro-propeno, 1,2- y 2,3-dicloro-propeno, cloruro de alilo, epiclorhidrina, clo-
ropreno, dicloruro de butileno, etc. Preferiblemente, la relación de átomos de hidrógeno a halógeno en el hidrocar-
buro halogenado es al menos uno. Se prefieren los hidrocar-
20 buros de C_2 halogenados insaturados, es decir, compuestos de vinilo y derivados de etileno halogenados incompletamente. Se estima que el procedimiento aquí descrito es parti-
cularmente aplicable a hidrocarburos de C_2 clorados tales como cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, metil-cloro-
25 formo, y tricloroetileno.

Como óxido de cobalto usado en el presente proce-
dimiento se puede mencionar el óxido cobaltoso, óxido cobál-
tico, hidróxido cobáltico y mezclas de tales óxidos. Tales
óxidos se pueden denominar también óxido de cobalto (II)
30 (CoO), óxido de cobalto (III) (Co_2O_3) y óxido de cobalto

1 (II,III) (Co_3O_4). Preferiblemente se usa óxido de cobalto
en el mayor estado de oxidación, es decir, óxido de cobalto
(III), o el estado de oxidación mixto, es decir, óxido de
cobalto (II,III). Con la expresión "óxido de cobalto", tal
5 como se usa en la presente memoria descriptiva y reivindicaciones (a no ser que se indique otra cosa), se quiere decir e incluir cualquiera de los óxidos antes mencionados o combinaciones de tales óxidos.

El contenido de óxido de cobalto en la porción
10 activa del catalizador es típicamente al menos 70 o 75 por ciento en peso, sin considerar los soportes del catalizador, preferiblemente al menos 80, p. ej. 85 por ciento en peso. El resto del catalizador puede ser cantidades secundarias de otros compuestos metálicos, p. ej. impurezas de óxido
15 metálico que no interfieren significativamente con la función catalítica del catalizador, y el agua de deshidratación. Las impurezas de óxido metálico se pueden incorporar durante la preparación del catalizador, o estar presentes en los reaccionantes usados para preparar el catalizador.

20 Se cree, por la evidencia de que se dispone, que algo del agua de hidratación asociada con el catalizador de óxido de cobalto es beneficiosa para la actividad catalítica del catalizador en el procedimiento aquí descrito. Por ejemplo, se ha observado que un catalizador de óxido de
25 cobalto que tenía poca agua de hidratación, si es que tenía alguna, era catalíticamente menos activo que un catalizador de óxido de cobalto que tenía un agua de hidratación significativa. La presencia o ausencia de agua de hidratación es
30 del catalizador de óxido de cobalto durante su preparación

1 o uso. Por ejemplo, los óxidos de cobalto preparados por
descomposición térmica de una sal de cobalto a temperaturas
mayores que 500°C, p. ej. 530°C, pueden tener poca agua de
hidratación asociada con el óxido de cobalto resultante, y
5 por tanto sería de esperar que tengan poca actividad cata-
lítica a las menores temperaturas utilizadas en el presente
procedimiento.

La cantidad total de agua asociada con el óxido
de cobalto como agua de hidratación puede variar, dependien-
do del óxido de cobalto concreto, o mezclas de óxidos de co-
balto, que se use, y del método de preparación de óxido de
cobalto. En particular, las condiciones de secado usadas
en la preparación de óxido de cobalto pueden variar, y
afectar con ello a la cantidad de agua de hidratación pre-
15 sente. Se ha hallado que el catalizador de óxido de cobalto
que tiene una cantidad de agua de hidratación al menos tan
grande como la obtenida por secado de una torta de filtra-
ción acuosa de óxido de cobalto precipitado, o mezcla de
óxido de cobalto, a 200°C, durante un tiempo suficiente pa-
20 ra alcanzar el equilibrio, es un catalizador satisfactorio
de óxido de cobalto hidratado. Tal temperatura es suficien-
te para eliminar sustancialmente toda la fase de agua pre-
sente en la torta de filtración, sin pérdida excesiva de
agua de hidratación. Se pueden usar temperaturas de secado
25 más altas; sin embargo, se debe tener cuidado, a mayores
temperaturas, de evitar una pérdida significativa de agua de
hidratación y evitar la pérdida del efecto beneficioso ob-
tenido por su presencia.

El efecto del agua de hidratación del catalizador
de óxido de cobalto se puede determinar de la mejor manera
30

1 utilizando el óxido de cobalto como catalizador de incineración, p. ej. como catalizador de incineración de cloruro
de vinilo, y observando la actividad del catalizador tal
como se pone de manifiesto por la reducción del contenido
5 de hidrocarburo halogenado en la corriente gaseosa tratada, recurso sencillo para los expertos en la técnica. Tal como
aquí se usan, los catalizadores de óxido de cobalto hidratado particularmente útiles son aquellos que son capaces
de eliminar al menos 70, p. ej. 80, por ciento del cloruro
10 de vinilo presente en una corriente de aire que contiene aproximadamente 50 ppm de cloruro de vinilo, bajo condiciones de menos que uno por ciento de humedad relativa (medida a 23°C), una temperatura del reactor de 104°C, un caudal de gas sobre el catalizador de 9 litros por hora, una
15 relación L/D del lecho catalítico (profundidad del lecho catalítico/diámetro del lecho catalítico) de al menos dos, y un tiempo de permanencia medio en contacto con el catalizador de 10 segundos. El tiempo de permanencia medio es el valor obtenido dividiendo el volumen de catalizador entre el caudal volumétrico a través del catalizador. Preferiblemente, bajo tales condiciones se elimina de la corriente de aire al menos 90 por ciento del cloruro de vinilo, y más preferiblemente sustancialmente todo, es decir, hasta niveles no detectables en el efluente gaseoso.

25 El catalizador de óxido de cobalto se puede usar en forma no soportada, o se puede soportar sobre un sustrato inerte. Por "inerte" se quiere decir que el sustrato sea químicamente inerte para el catalizador de óxido de cobalto depositado sobre él, y químicamente resistente a los componentes de la corriente gaseosa que contiene hidrocarburo
30

1 halogenado, p. ej. corriente gaseosa que contiene cloruro
de vinilo, y a los productos de oxidación resultantes de
ella. Entre los ejemplos de sustratos inertes adecuados se
incluyen: amianto, piedra pómez, carbón activado, gel de
5 sílice, sílice coloidal, sílice calcinada, alúmina activa-
da y arcillas. La actividad del catalizador de óxido de co-
balto soportado puede variar, dependiendo del método de pre-
paración. Por ejemplo, una mezcla mecánica de óxido de co-
balto y el soporte es comúnmente más activa que un soporte
10 impregnado con catalizador. El calentamiento del cataliza-
dor soportado, a altas temperaturas, puede desactivar el
catalizador por sinterización del óxido de cobalto, sinte-
rización del soporte formando una barrera a la transferen-
cia de materia, o causar una reacción entre el catalizador
15 y el soporte. Por ejemplo, se ha señalado que el calenta-
miento de óxido de cobalto soportado sobre alúmina, a 850°C,
da como resultado la formación de aluminato de cobalto
(CoAl_2O_4) catalíticamente inactivo. Véase "The Oxidation
of Hydrocarbons and CO over Metal. III Co_3O_4 ", por Yung-
20 -Fang Yu Yao, Journal of Catalysis, 33, págs. 108-122
(1974). Cuando se usa en una forma soportada, la cantidad
de catalizador dispuesta sobre el soporte debe ser suficien-
te para catalizar la incineración del hidrocarburo de $\text{C}_2\text{-C}_4$
halogenado, es decir, una cantidad catalítica. La cantidad
25 catalítica de catalizador, y la inercia del soporte sobre
el que se dispone el catalizador, se pueden determinar por
los expertos en la técnica por experimentación rutinaria.

El catalizador de óxido de cobalto se puede prepa-
rar por cualquier número de maneras bien conocidas por los
30 expertos en la técnica de la preparación de catalizadores.

1 Por ejemplo, el catalizador de óxido de cobalto se puede
preparar precipitando el hidróxido de una solución de sal
de cobalto. Luego se seca el precipitado para eliminar la
fase de agua y deshidratar parcialmente el hidróxido, y
5 formar el óxido. Típicamente, el secado se efectúa a tempe-
raturas de 100-200°C. Cuando se usa un soporte de cataliza-
dor, el hidróxido de cobalto se puede precipitar directa-
mente sobre el soporte. Además, el catalizador de óxido de
cobalto se puede preparar por descomposición térmica de
10 otras sales de cobalto con anión adecuado que contenga oxí-
geno, p. ej. nitratos, carbonatos y oxalatos. Preferible-
mente, la descomposición térmica no se debe efectuar a tem-
peraturas que deshidraten completamente al óxido de cobal-
to. La superficie específica del catalizador de óxido de
15 cobalto preparado puede variar; sin embargo, como en la ma-
yoría de las aplicaciones catalíticas, se prefieren las
superficies específicas relativamente grandes.

En caso de que el catalizador de óxido de cobalto
quede desactivado por uso (pero no permanentemente envene-
20 nado), se puede regenerar el catalizador pasando una co-
rriente deshumidificada, es decir, con menos de 5, preferi-
blemente menos de aproximadamente 2, p. ej. menos de 1, por
ciento de humedad relativa, de corriente gaseosa que contie-
ne oxígeno, p. ej. tal como es proporcionado por aire, oxí-
25 geno, o aire enriquecido en oxígeno, en contacto íntimo con
el catalizador, a temperaturas elevadas, p. ej. aproxima-
damente 150 a 200°C, en ausencia sustancial de gases contami-
nadores, p. ej. haluro de hidrógeno (cloruro de hidrógeno),
hidrocarburos de C₂-C₄ halogenados (cloruro de vinilo) y
30 altos niveles de vapor de agua. El catalizador se pone en

1 contacto con oxígeno durante un período de tiempo suficien-
te para regenerar el catalizador, p. ej. de 0,5-10 horas.
La cantidad exacta del tiempo dependerá, desde luego, de la
cantidad de catalizador, su nivel de desactivación, la tem-
5 peratura de tratamiento y el caudal volumétrico a través
del lecho catalítico. Por los datos de que se dispone, el
catalizador totalmente regenerado parece ser tan eficaz
como el catalizador recientemente preparado.

El procedimiento aquí descrito da como resultado
10 la eliminación de hidrocarburos de C_2-C_4 halogenados, p. ej.
hidrocarburos de C_2 clorados, de una corriente gaseosa que
los contiene. La magnitud en que los compuestos halogenados
antes mencionados se eliminan de la corriente gaseosa de-
pende de las condiciones de tratamiento y del (de los) com-
15 puesto(s) halogenado(s) concreto(s) a eliminar. Por la evi-
dencia de que se dispone, la eliminación parece efectuarse
principalmente por descomposición con oxidación (incinera-
ción). La adsorción puede jugar un papel en la eliminación
a temperaturas significativamente por debajo del punto de
20 ebullición del hidrocarburo halogenado. La deshidroclora-
ción también puede ser un mecanismo que tiene lugar en la
zona de reacción. No se sabe con certeza en este momento
en qué medida pueden participar los dos últimos mecanismos
en el procedimiento de eliminación. Por tanto, con el tér-
25 mino "incineración", tal como se usa en la presente memoria
descriptiva y reivindicaciones, se quiere decir e incluir
la descomposición con oxidación, sola o en combinación con
uno o ambos de los otros dos mecanismos mencionados.

Según el presente procedimiento, los hidrocarburo-
30 ros de C_{2-4} halogenados, p. ej. hidrocarburos clorados,

1 tal como cloruro de vinilo, se oxidan catalíticamente a
temperaturas entre aproximadamente 20°C y aproximadamente
500°C, p. ej. 20°C-300°C. Son adecuadas las temperaturas
menores que 300°C, p. ej. de 50°C a 250°C. A las tempera-
5 turas menores, p. ej. 20°C-50°C, la actividad catalítica
cae rápidamente con el tiempo; sin embargo, en aplicacio-
nes tales como máscaras de gas, incluso unos pocos momen-
tos de actividad pueden ser importantes. Se estima que las
10 temperaturas entre aproximadamente 80°C, o 100°C, y apro-
ximadamente 250°C, p. ej. entre aproximadamente 100°C y
150°C o 200°C, son particularmente deseables económicamen-
te. El uso de tales temperaturas relativamente moderadas,
p. ej. temperaturas de aproximadamente 100°C-115°C, para
15 conseguir la incineración de los hidrocarburos halogena-
dos descritos, es sorprendente, ya que comúnmente se usan
temperaturas significativamente mayores para incinerar ta-
les materiales por un procedimiento no catalítico. En con-
secuencia, el uso de temperaturas de incineración modera-
das puede representar un ahorro significativo de energía
20 térmica. Además, un procedimiento de incineración que tra-
baja a aproximadamente 100°C puede utilizar vapor de agua
residual, de baja presión, del que se dispone fácilmente
en las instalaciones de proceso químico; y, por tanto, tal
procedimiento ofrece significativas ventajas económicas
25 adicionales. Se prefieren las temperaturas comprendidas
entre aproximadamente 100°C-150°C o 200°C, debido a que ta-
les temperaturas ayudan a la eliminación de los productos
de oxidación, p. ej. cloruro de hidrógeno, dióxido de car-
bono y agua, de la superficie del catalizador.

30

Las temperaturas antes mencionadas son temperatu-

1 ras del reactor, como se describe en los ejemplos que si-
guen, es decir, la temperatura de la corriente gaseosa por
encima del lecho catalítico. Se cree que las temperaturas
de la superficie del catalizador son ligeramente mayores
5 que la temperatura del reactor, debido al calor de incine-
ración producido por la descomposición con oxidación de
los hidrocarburos halogenados sobre la superficie del cata-
lizador.

La temperatura de incineración concreta elegida
10 puede depender de la humedad relativa de las corrientes
gaseosas que entran en el reactor que contiene el cataliza-
dor de óxido de cobalto. Aunque por la evidencia de que se
dispone parece que el óxido de cobalto es moderadamente
resistente a la inhibición por agua, el vapor de agua, es
15 decir, la humedad de las corrientes gaseosas que entran en
contacto con el catalizador, sí tiende a disminuir la acti-
vidad del catalizador de óxido de cobalto. Esta disminución
de la actividad es más pronunciada a temperaturas bajas,
p. ej. 20°C-110°C. Por tanto, se requieren temperaturas más
20 altas para obtener un nivel concreto de actividad del cata-
lizador con una corriente de gas humedecido que cuando se
trabaja con un gas sustancialmente seco, es decir, una co-
rriente gaseosa que tenga una humedad relativa baja.

Tal como aquí se usa, la humedad relativa de una
25 corriente gaseosa es el valor, expresado según se mide a
temperatura ambiente (23°C) y presión ambiente (745 milíme-
tros de mercurio). Por humedad relativa baja se quiere de-
cir menos de aproximadamente 5, p. ej. menos de 2, por cien-
to.

30 La actividad del catalizador de óxido de cobalto

1 usado en el presente procedimiento se puede expresar en tér-
minos de su eficacia en las condiciones de incineración, es
decir, el tanto por ciento de hidrocarburo de C_2-C_4 haloge-
nado eliminado de la corriente gaseosa tras haber quedado
5 constantes las condiciones. La eficacia del catalizador se
puede determinar por la expresión:

$$\frac{(C_i - C_f)}{C_i} \cdot 100$$

10

donde C_i es la concentración inicial del hidrocarburo halo-
genado en la corriente gaseosa, y C_f es la concentración fi-
nal. Así, cuanto mayor sea la eficacia del catalizador, ma-
yor es su "actividad".

15

Como se ha indicado, la magnitud de la inhibición
de la actividad del catalizador de óxido de cobalto por va-
por de agua depende de la temperatura. Cuanto menor sea la
temperatura de incineración, más pronunciada es la disminu-
ción de la actividad del catalizador. En consecuencia, pa-
20 ra cualquier nivel deseado de actividad del catalizador, se
puede regular la humedad relativa de la corriente de gas a
tratar, o la temperatura a que se efectúa el tratamiento.
Así, la temperatura del reactor se mantiene a un nivel,
dentro del intervalo antes descrito, para inhibir la reduc-
25 ción o pérdida de la actividad del catalizador de óxido de
cobalto por el contenido de humedad en las corrientes ga-
seosas que entran en contacto con el catalizador. El nivel
de actividad del catalizador puede variar, dependiendo del
hidrocarburo halogenado a eliminar de la corriente, de la
30 concentración inicial del hidrocarburo halogenado, y de la

1 concentración final del mismo en la corriente tratada, re-
querida por un tratamiento subsiguiente de procedimiento,
reglamentaciones gubernamentales, etc. Por tanto, es impo-
sible fijar un nivel mínimo aceptable de actividad del ca-
5 talizador, ya que tal nivel está determinado por los deseos
y necesidades del operario. Sin embargo, los expertos en la
técnica, con la información aquí proporcionada, pueden ele-
gir las condiciones de trabajo requeridas para proporcionar
la actividad catalítica deseada.

10 En general, cuanto mayor sea la temperatura de
incineración y menor la humedad relativa de las corrientes
de gas que entran, mayor será la actividad del catalizador.
Por tanto, cuando la cantidad de energía térmica disponi-
ble para incineración, o los materiales de construcción,
15 limitan la temperatura de incineración a un intervalo con-
creto, la humedad relativa de las corrientes gaseosas com-
binadas que entran en contacto con el catalizador se man-
tiene a un nivel dentro de dicho intervalo que mantendrá
la actividad del catalizador al nivel deseado. Por otra par-
20 te, si la energía térmica disponible o los materiales de
construcción no limitan la temperatura de incineración, la
temperatura de incineración se puede ajustar (usualmente
hacia arriba) para compensar el efecto adverso de la hume-
dad sobre la actividad del catalizador. Así, dentro del in-
25 tervalo de temperatura de 20°C-500°C, p. ej. 50°C-300°C,
la temperatura de incineración, o la humedad relativa de
las corrientes gaseosas tratadas, o ambas, se regulan o
mantienen a un nivel al que el grado de actividad del cata-
lizador alcance la magnitud deseada. Por ejemplo, cuando
30 la temperatura de incineración es menos que aproximadamente

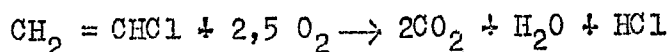
1 110°C, se espera que la humedad relativa se mantenga a me-
nos de 5 por ciento, p. ej. 2 por ciento, y preferiblemen-
te menos de 1 por ciento.

5 El efecto antes descrito que el vapor de agua tie-
ne sobre la actividad del catalizador se puede describir
como envenenamiento o inhibición reversibles, para distin-
guir el efecto de un envenenamiento irreversible, tal como
el efecto de los compuestos de azufre sobre catalizadores
de metal noble, reacción de la superficie del catalizador,
10 etc. En aquellos casos, el efecto sobre el catalizador no
es generalmente reversible sin volver a elaborar el catali-
zador. Como lo muestran los datos presentados en los ejem-
plos, la eficacia reducida del catalizador debida a un au-
mento del nivel de vapor de agua en la corriente gaseosa se
15 invierte disminuyendo la humedad relativa de la corriente
gaseosa hasta su nivel primitivo.

En una realización del presente procedimiento, la
corriente gaseosa a tratar se deshumidifica hasta un nivel
deseado de humedad relativa, y luego se incinera a tempera-
20 turas dentro del intervalo antes descrito. La corriente ga-
seosa que contiene hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado se pue-
de deshumidificar, si es necesario, pasándola a través de
una columna de secado que contiene un desecador. Se pueden
usar desecadores sólidos o líquidos para eliminar vapor de
25 agua de la corriente gaseosa. Entre los ejemplos se inclu-
yen: gel de sílice, alúmina activada, sulfato cálcico anhi-
dro calcinado, cal, perclorato de magnesio, cloruro cálcico,
hidróxido potásico, ácido sulfúrico, soluciones de cloruro
de litio y etilenglicol. El secado de gases es bien conoci-
do, por ejemplo, en la industria de procedimientos químicos.
30

1 Así, el uso de desecadores sólidos en máscaras de gas, para captar vapor de agua, también es bien conocido. Los medios para conseguir tal secado no son críticos para la práctica de la presente invención.

5 La cantidad de oxígeno usada en la oxidación de los hidrocarburos de C_2-C_4 halogenados, según el presente procedimiento, debe ser una cantidad que sea suficiente para incinerar (oxidar) la cantidad de hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado contenida en la corriente gaseosa, es decir, una
10 cantidad incineradora (oxidante) que sea necesaria para reducir el contenido de hidrocarburo halogenado de la corriente gaseosa hasta el nivel deseado. La cantidad de oxígeno debe ser al menos estequiométricamente suficiente para oxidar sustancialmente todo el contenido de carbono en el hidrocarburo halogenado, a dióxido de carbono, y preferible-
15 mente suficiente para oxidar tanto el contenido de carbono como el contenido de hidrógeno disponible, del hidrocarburo halogenado, a dióxido de carbono y agua, respectivamente. Respecto al cloruro de vinilo, la cantidad estequiométrica
20 de oxígeno se obtiene de la siguiente ecuación equilibrada:



25 El calor de reacción calculado para la reacción representada por la ecuación anterior es aproximadamente 270 kilocalorías por mol de cloruro de vinilo.

Generalmente, la cantidad de oxígeno usada estará muy en exceso respecto a las cantidades estequiométricas requeridas para asegurar una descomposición con oxidación, sustancialmente completa, del compuesto de hidrocarburo ha-
30

1 logenado. La cantidad de oxígeno usada no es crítica, siem-
pre que se disponga de cantidades suficientes para conse-
guir el grado de oxidación antes descrito. El oxígeno se
puede proporcionar utilizando aire, oxígeno o aire enrique-
5 cido en oxígeno. La corriente que contiene oxígeno, si es-
tá separada de la corriente que contiene hidrocarburo de
 C_2-C_4 halogenado, también se puede deshumidificar (de la
manera descrita) hasta una humedad relativa baja, antes de
mezclarla con la mencionada corriente que contiene hidro-
10 carburo halogenado.

Para efectuar una realización preferida del pro-
cedimiento de la presente invención, la corriente gaseosa
que contiene hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado se deshumidi-
fica, si es necesario, y se mezcla con gas deshumidificado
15 que contiene oxígeno (si se usa) y se introduce en un pre-
calentador. En el caso de que la corriente gaseosa que con-
tiene hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado esté suficientemen-
te seca, o contenga ya cantidades suficientes de oxígeno,
no se requiere secado adicional o mezcla con corriente que
20 contenga oxígeno. Esta puede bien ser la situación, en el
último caso, cuando una zona en la que puede haber hidro-
carburo de C_2-C_4 halogenado presente está bien ventilada,
y la corriente de procedimiento expulsada de gas de purga
a la atmósfera se ha de tratar según la presente invención.
25 La corriente de procedimiento deshumidificada que contiene
oxígeno, que también contiene hidrocarburo de C_2-C_4 haloge-
nado, se precalienta si es necesario, y la corriente gaseo-
sa calentada se introduce en un reactor catalítico en el
que se ha dispuesto el catalizador de óxido de cobalto,
30 p. ej. como lecho fijo o fluido. El precalentamiento se de-

1 be efectuar hasta la temperatura aproximada a que se ha de efectuar la incineración, es decir, la temperatura del reactor. Aunque el calentamiento se puede efectuar antes de la humidificación, esto no es económicamente deseable.

5 Según técnicas conocidas, el diámetro del lecho de catalizador en un reactor catalítico del tipo de flujo con lecho fijo integral debe ser al menos seis veces, y la profundidad del lecho al menos 30 veces, el diámetro eficaz de la partícula de catalizador, para mantener adecuadamente pequeño el efecto de borde y extremo del lecho. La corriente gaseosa precalentada se mantiene en contacto con el catalizador de óxido de cobalto durante un tiempo suficiente para que tenga lugar la reacción de incineración. Se ha hallado que son suficientes los tiempos de contacto de aproximadamente 2 a 10 segundos a 100°C y bajo condiciones de baja humedad relativa. La corriente gaseosa que sale del (de los) reactor(es) catalítico(s) tiene un contenido reducido de hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado. Preferiblemente, la corriente gaseosa que sale del reactor o reactores contiene menos de 10 ppm, p. ej. menos de 5 ppm, y más preferiblemente menos de 1 ppm, de hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado, y se enfría antes de desecharla. Es ventajoso pasar la corriente efluente del reactor, por ejemplo, por un lavador cáustico para eliminar haluro de hidrógeno, p. ej. cloruro de hidrógeno o bromuro de hidrógeno, que son productos de oxidación o deshidrohalogenación, antes de desechar los otros productos gaseosos inocuos. Aunque solo se ha descrito un lecho de catalizador, se puede usar más de uno de tales lechos. Por ejemplo, se pueden usar múltiples lechos separados en secuencia. Tales lechos

10
15
20
25
30

1 pueden estar en una unidad, p. ej. lechos apilados, o en unidades separadas.

5 El aparato en contacto con la corriente gaseosa de hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado y sus productos de incineración se construye típicamente con materiales de construcción resistentes a los ácidos, para minimizar los problemas de corrosión. Entre los ejemplos de materiales de construcción metálicos se incluyen el monel, níquel y acero inoxidable. Los plásticos ingenieriles resistentes a los ácidos, tal como Teflon (marca registrada de E.I. DuPont de Nemours and Company, para el politetrafluoroetileno) y Ryton [marca registrada de Phillips Petroleum Company para las resinas de poli(sulfuro de fenileno)] se pueden usar en la construcción del aparato, como resultado de la baja temperatura que se puede usar en la práctica del procedimiento de oxidación aquí descrito.

15 El presente procedimiento se describe más particularmente en los siguientes ejemplos, que están destinados a ser sólo ilustrativos, ya que numerosas modificaciones y variaciones de ellos serán evidentes para los expertos en la técnica.

EJEMPLO I

25 Una solución de 70,5 gramos de sulfato de cobalto (II) heptahidratado disueltos en 200 gramos de agua destilada se añadió lentamente a una solución de 35 gramos de hidróxido sódico anhidro disueltos en 70 gramos de agua destilada, con agitación enérgica. Tras adición de aproximadamente 25 gramos de agua destilada, para reducir la viscosidad de la masa reaccionante precipitada similar a una pasta, se añadieron lentamente 10,9 gramos de una solución

30

1 acuosa de peróxido de hidrógeno al 35 por ciento en peso,
en porciones de aproximadamente 0,5 ml, a la suspensión de
óxido de cobalto hidratado, aún viscosa, con agitación enérgica. Una vez completada la adición de la solución de peróxido de hidrógeno, la mezcla reaccionante se agitó durante un periodo de aproximadamente 15 minutos. Luego se lavó a fondo el precipitado con agua destilada, usando una centrifuga, y se aisló por filtración. La torta de filtración húmeda se comprimió entre bloques de fieltro, usando una prensa hidráulica. La torta de filtración prensada se secó luego a una temperatura de aproximadamente 50°C, durante un periodo de aproximadamente 2-2/3 días. La torta de filtración parcialmente secada se rompió con un mortero y su mano, hasta un tamaño de partícula menor que 4,76 mm, y se secó a aproximadamente 200°C durante un periodo de 7 horas. Luego se tamizó el producto seco para separar los finos menores que 0,841 mm, y la fracción de tamaño de partícula menor que 4,76 y mayor que 0,841 mm se volvió a secar luego a aproximadamente 200°C durante un periodo de 6 horas. Se determinó que el contenido de cobalto era 83,3 por ciento, como óxido de cobalto (II), por análisis elemental de rayos X. El análisis de difracción de rayos X del óxido indicó que había una fase cristalina presente, que se identificó como óxido de cobalto (III) hidratado. El análisis termogravimétrico de una muestra del óxido hasta 400°C indicó una pérdida total de peso de 9,0 por ciento en peso. Esto es debido a pérdida de agua de hidratación para formar óxido de cobalto (II,III).

EJEMPLO II

1 por millón de cloruro de vinilo y aproximadamente 4,5 partes por millón de cloruro de vinilideno se mezcló con oxígeno, para producir una corriente con la composición aproximada del aire, es decir, una corriente gaseosa con aproximadamente 80 por ciento en volumen/20 por ciento en volumen de nitrógeno/oxígeno. Esta corriente de aire sintético tenía un punto de rocío menor que -25°C (humedad relativa menor que 2 por ciento). La pequeña cantidad de cloruro de vinilo y vinilideno (denominados aquí en lo sucesivo, colectivamente, cloruro de vinilo) en el nitrógeno se despreció para calcular la mezcla 80/20 por ciento en volumen de nitrógeno/oxígeno. La humidificación de la corriente de aire sintético se efectuó pasando una porción de la corriente por un simple burbujeador con agua. El grado de humidificación se controló por proporción de la cantidad relativa de corriente gaseosa que pasó por el burbujeador.

La corriente de aire sintético que contenía cloruro de vinilo fue introducida en un precalentador que consistía en un serpentín apretadamente arrollado, de aproximadamente 64 mm de diámetro y 64 mm de altura, que se fabricó con tubería de acero inoxidable de 6,4 mm de diámetro. El serpentín se puso en un horno eléctrico de 700 vatios y se calentó hasta la temperatura deseada como temperatura de la corriente gaseosa de entrada al reactor. La corriente de aire sintético precalentado se introdujo en el fondo de un reactor catalítico vertical, que se construyó con acero inoxidable 316 de 19 mm de diámetro, y que medía aproximadamente 203 mm de longitud. El catalizador estaba soportado en una malla de acero inoxidable de 0,5

1 mm de abertura, que estaba situada aproximadamente 38 mm
por encima de la entrada de la corriente de aire sintéti-
co. En la parte superior del lecho catalítico se puso una
5 segunda malla para evitar la posible expulsión de partícu-
las de catalizador. Se insertaron dos termopares en el
reactor, aproximadamente 12,7 mm por encima y por debajo
del lecho catalítico, para seguir las temperaturas de la
corriente de aire sintético. Esos termopares se situaron
de manera que la unión estaba situada en el centro del
10 reactor. El reactor se aisló con cinta de amianto para
minimizar la pérdida de calor, y se calentó mediante una
cinta de calentamiento. El termopar situado aproximadamen-
te a 12,7 mm por encima del lecho del catalizador se utili-
zó como referencia de la temperatura del lecho del catali-
15 zador.

El efluente gaseoso del reactor se enfrió hasta
la temperatura ambiente mediante una sección de aproximada-
mente 1016 mm en forma de U, de tubería de acero inoxidable
de 6,4 mm de diámetro. El efluente gaseoso del reactor
20 enfriado, se expulsó a una chimenea de laboratorio. En di-
versos momentos durante el período en que la corriente de
aire sintético que contenía cloruro de vinilo se introdujo
en el reactor, se tomaron muestras de la entrada de corrien-
te gaseosa al precalentador y del efluente de corriente ga-
25 seosa del reactor que salía del enfriador, para determinar
la concentración de cloruro de vinilo en la corriente gaseo-
sa antes y después del reactor catalítico, es decir, del
lecho de catalizador. La concentración de cloruro de vinilo
en tales corrientes gaseosas se midió por cromatografía
30 gas-líquido utilizando detectores de ionización de llama.

1. Se midió el caudal total de gas al reactor, así como las temperaturas de entrada y salida del reactor.

Aproximadamente 10,3 gramos del catalizador de óxido de cobalto descrito en el Ejemplo I se cargaron en el reactor como lecho de catalizador, y se ensayó como catalizador de incineración de cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno. La temperatura del reactor se mantuvo a 104°C. Los datos acumulados se hallan en la Tabla I.

TABLA I

Muestra Nº	Temp. de entrada a	Caudal a	% hum. relat. b	Concentra- ción de CVM ^d Entrada Salida ^c	% dif. ^e	Concentra- ción de CVM ^d Entrada Salida ^e	Tiempo de operación
1	107	44	1,1	46,5 N.D.	>99	2,5 N.D.	0,25
2	107	44	0,8	46,5 N.D.	>99	2,5 N.D.	2,00
3	107	44	53 (11)	46,5 N.D.	>99	2,5 N.D.	2,35
4	107	44	53 (28)	46,5 N.D.	>99	2,5 N.D.	2,65
5	107	44	53 (43)	46,5 Trazas	>99	2,5 N.D.	2,90
6	107	44	53 (69)	45,0 1,0	98	2,5 N.D.	3,30
7	107	44	53 (83)	45,0 2,5	94	2,5 N.D.	3,50
8	107 ^e	44	1,2	45,0 N.D.	>99	2,5 N.D.	3,75
9	107	44	24 (4)	45,0 0,3	>99	2,5 N.D.	4,10
10	107	44	23 (19)	45,0 1,0	98	2,5 N.D.	4,35
11	107 ^h	44	0,9	45,0 N.D.	>99	2,5 N.D.	5,10

- 1 a. Temperatura de la corriente gaseosa en la entrada al le-
cho de catalizador, en °C.
- b. Caudal total de N_2/O_2 80/20, en litros/hora.
- 5 c. Humedad relativa (%) de la corriente gaseosa a 23°C. Los
números entre paréntesis se refieren al periodo de tiem-
po, en minutos, durante el que se usó la corriente de
gas humidificado antes de obtener la muestra.
- d. Concentración de CVM o CVDM en ppm. N.D. significa no
detectado. Trazas significa $\leq 0,2$ ppm. Todos los valores
10 están redondeados a 0,5 ppm.
- e. % de diferencia de la concentración de CVM en la corrien-
te gaseosa.
- f. Tiempo aproximado total de operación, respecto al CVM
y CVDM que están presentes en la corriente gaseosa, en ho-
15 ras.
- g. Muestra obtenida 9 minutos después de que una interrup-
ción aumentara la humedad relativa de la atmósfera.
- h. Muestra obtenida 36 minutos después de que una interrup-
ción aumentara la humedad relativa de la atmósfera.

20 Los datos de la Tabla I muestran que el cataliza-
dor de óxido de cobalto preparado en el Ejemplo I presenta
alto nivel de actividad catalítica como catalizador de in-
cineración de cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno, a
baja humedad relativa, es decir, menos que 5 por ciento,
25 p. ej. 1,5 por ciento. Más significativamente, la activi-
dad catalítica de este catalizador de óxido de cobalto pre-
senta resistencia a la inhibición por vapor de agua; véan-
se, por ejemplo, las muestras nº 3-7. Así, sólo hubo apro-
ximadamente un 2 por ciento de penetración de cloruro de
30 vinilo tras 69 minutos de operación con una atmósfera de 53

1 por ciento de humedad relativa (véase la muestra nº 6).
Además, la actividad del óxido de cobalto se regeneró por
paso de una atmósfera de humedad relativa baja por el ca-
talizador. Así, sólo 9 minutos tras disminuir la humedad
5 relativa de la corriente gaseosa, desde 53 por ciento a
aproximadamente 1 por ciento, se halló un aumento de acti-
vidad experimentalmente significativo (compárese la mues-
tra nº 7 con la muestra nº 8). Los datos muestran además
que cuando se volvió a aumentar la humedad relativa hasta
10 aproximadamente 25 por ciento, la corta "regeneración" usa-
da anteriormente (aproximadamente 25 minutos) no fue sufi-
ciente para restaurar completamente la actividad catalíti-
ca a su nivel inicial.

EJEMPLO III

15 Se dejó que el catalizador de óxido de cobalto
utilizado en el Ejemplo II se secase durante una noche en
el reactor, a 104°C, pasando continuamente una corriente
gaseosa de aire sintético, es decir, una mezcla gaseosa
de nitrógeno/oxígeno 80/20 (que no contenía cloruro de vi-
nilo ni de vinilideno), que tenía una humedad relativa de
20 aproximadamente 0,5 por ciento, por el lecho de catalizador,
con un caudal total de 44 litros por hora.

Se repitió el método experimental del Ejemplo II,
excepto en que el depósito de nitrógeno usado para formar
25 la mezcla de aire sintético contenía de 10-50 partes por
millón de cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, metil-
-cloroformo, 1,1,2-tricloroetileno y percloroetileno. La
temperatura del reactor se mantuvo a 104°C, y el caudal to-
tal de la corriente gaseosa de aire sintético que contiene
30 hidrocarburo clorado, a través del reactor, fue 44 litros

- 1 por hora. La pequeña cantidad de hidrocarburo clorado en el nitrógeno se despreció en el cálculo del 80/20 por ciento en volumen de la mezcla de nitrógeno/oxígeno. Los datos recogidos aparecen en la Tabla II.

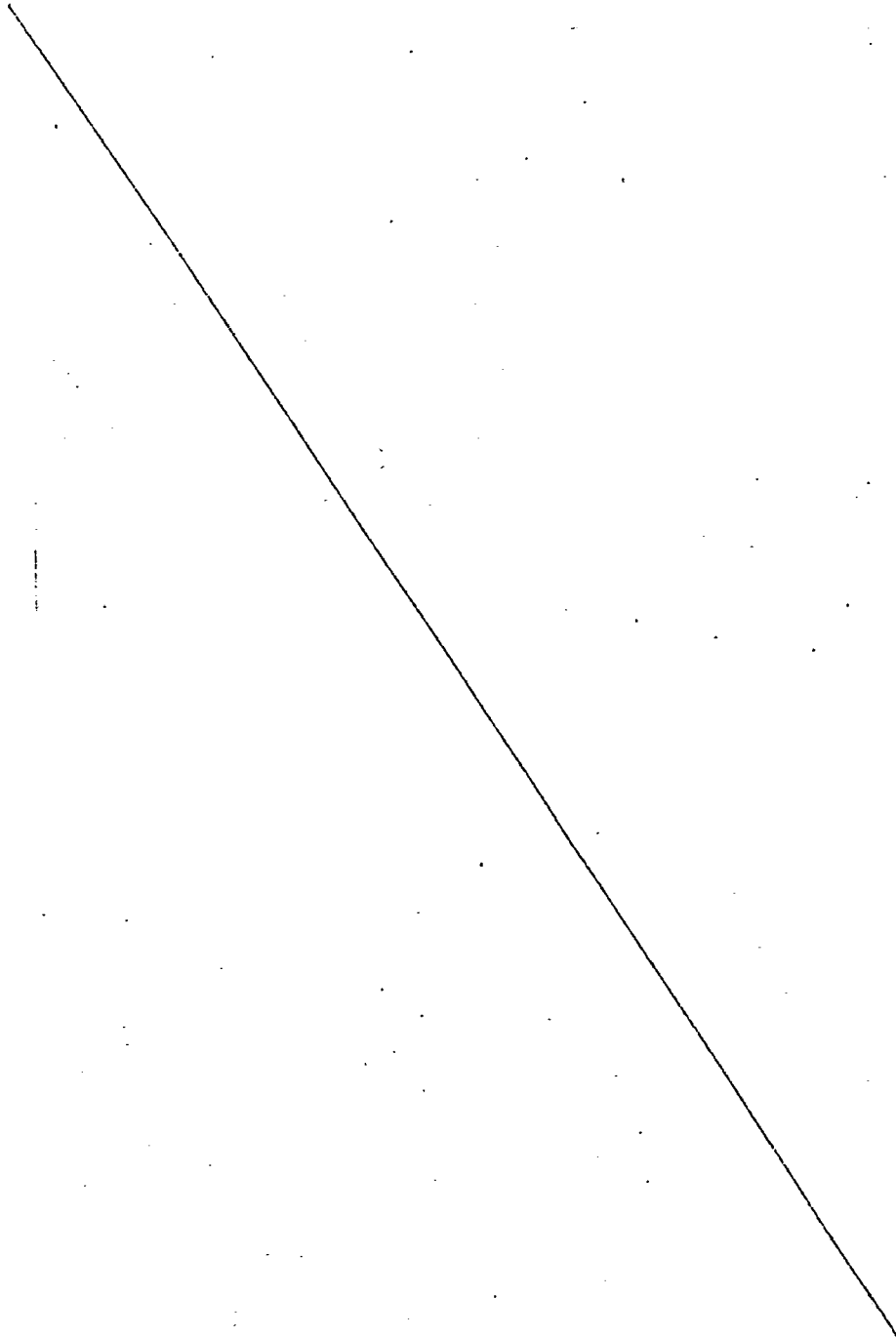


TABLA II

Muestra nº	% hum. relat. a	Conc. CVM ^b		Conc. MC ^b		Conc. tricolor. ^b		Conc. perclor. ^b	Tiempo de operación ^c		
		Entrada	Salida	Entrada	Salida	Entrada	Salida			Entrada	Salida
1	0,9	10,0	N.D.	N.D.	28,0	N.D.	20,5	N.D.	9,0	4,5	0,20
2	0,6	10,0	N.D.	N.D.	28,0	N.D.	20,5	5,5	9,0	9,5	0,85
3	0,6	10,0	N.D.	Trazas	28,0	N.D.	20,5	11,0	9,0	9,0	1,67

a. Humedad relativa (%) de la corriente gaseosa a 23°C.

b. Todas las concentraciones en ppm. N.D. significa no detectado. Trazas significa $\leq 0,2$ ppm. Todos los valores redondeados a 0,5 ppm. CVM = cloruro de vinilo; CVDM = cloruro de vinilideno; MC = metilcloroforno (1,1,1-tricloroetano); tricolor. = tricloroetileno; perclor. = percloroetileno.

c. Tiempo total aproximado de operación respecto a los hidrocarburos clorados que están presentes en la corriente gaseosa, en horas.

1 Los datos de la Tabla II muestran que el cataliza-
dor de óxido de cobalto del Ejemplo I presenta alto nivel
de actividad catalítica en las condiciones de incineración
de baja humedad relativa y a 104°C, respecto al cloruro de
5 vinilo, cloruro de vinilideno y metil-cloroformo. Aunque
mostró gran actividad catalítica inicial respecto a la in-
cineración de tricloroetileno, tal actividad disminuyó tras
aproximadamente 1-2/3 horas de operación. La actividad par-
cial inicial respecto a la incineración de percloroetileno
10 disminuyó rápidamente.

EJEMPLO IV

Una solución de 141 gramos de sulfato de cobalto
(II) heptahidratado en 450 gramos de agua destilada se añá-
dió lentamente a una solución de 70 gramos de hidróxido só-
15 dico anhidro disueltos en 140 gramos de agua destilada, con
agitación enérgica. Después se añadieron lentamente 22 gra-
mos de una solución acuosa de peróxido de hidrógeno al 35
por ciento en peso, en porciones de aproximadamente 0,5 ml,
durante un periodo de aproximadamente 25 minutos. Tras
20 completar la adición de la solución de peróxido de hidróge-
no, la mezcla reaccionante se agitó durante aproximadamente
15 minutos. El precipitado se lavó con agua destilada usan-
do una centrífuga, y se aisló por filtración. La torta de
filtración húmeda se comprimió entre bloques de fieltro, y
25 la torta de filtración prensada se secó a aproximadamente
50°C durante aproximadamente 5 horas. La torta de filtra-
ción parcialmente secada se molió con un mortero y su mano,
y la fracción de este producto de tamaño de partícula menor
que 2,38 mm y mayor que 0,595 mm se secó a aproximadamente
30 200°C durante aproximadamente 5-1/2 horas. Se usó un vacío

1 de 686 mm de mercurio durante la hora final del periodo
de secado.

5 Se halló que el contenido de cobalto en el pro-
ducto era aproximadamente 81,2 por ciento en peso, como
óxido de cobalto (II) (CoO), por análisis elemental espec-
troscópico de rayos X. El análisis de difracción de rayos
X indicó que había una fase cristalina presente, y esta fa-
se cristalina se identificó como óxido de cobalto (III)
hidratado (CoOOH). El análisis termogravimétrico hasta
10 400°C indicó que había una pérdida total de peso de apro-
ximadamente 11,8 por ciento en peso.

Aproximadamente 11 gramos de este catalizador
se ensayaron como catalizador de incineración de cloruro
de vinilo y cloruro de vinilideno, a una temperatura del
15 reactor de 104°C, esencialmente de la misma manera que se
ensayó el catalizador de óxido de cobalto del Ejemplo I,
según se describe en el Ejemplo II. El ensayo se efectuó
durante un total de 3,75 horas, período durante el cual
se usó una humedad relativa máxima de aproximadamente 27
20 por ciento (aproximadamente 1,85 horas). Los resultados
de este ensayo fueron similares a los resultados obtenidos
para el catalizador del Ejemplo I.

EJEMPLO V

25 5,1 gramos del catalizador de óxido de cobalto
usado como lecho catalítico en los Ejemplos II y III se
mezclaron con 5,2 gramos del catalizador de óxido de cobal-
to usado como lecho catalítico en el Ejemplo IV. La mezcla
de catalizador se secó a aproximadamente 185°C durante
aproximadamente 1 hora, bajo un vacío de 660 mm de mercurio.
30 La mezcla de óxido de cobalto secada se cargó luego

1 en el reactor descrito en el Ejemplo II, como lecho cata-
lítico, y se ensayó como catalizador de incineración de
cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno, usando el méto-
do descrito en el Ejemplo II. Los resultados experimenta-
5 les se tabulan en la Tabla III.

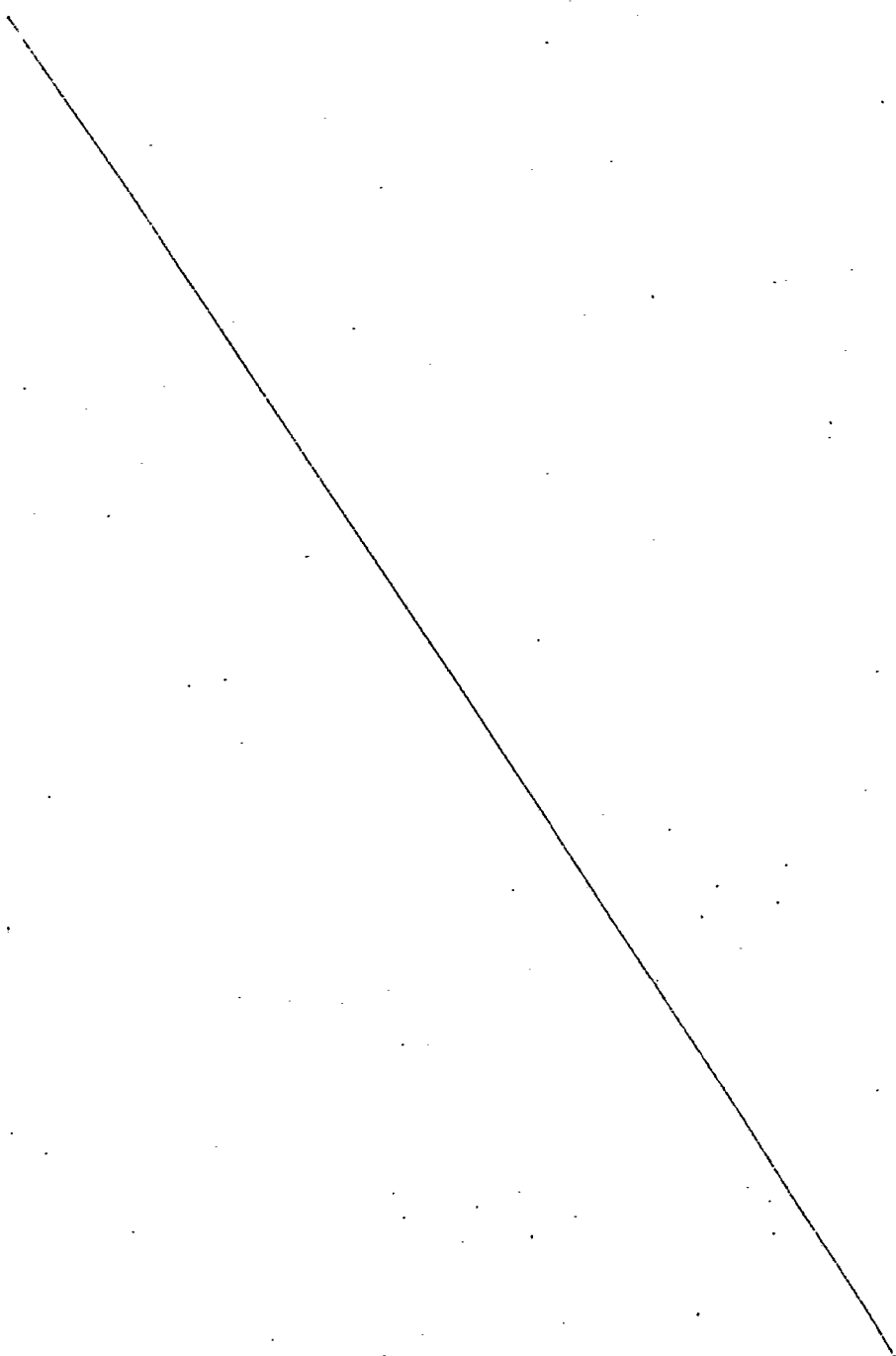


TABLA III

Muestra No	Temperatura Entrada Salida	Caudal ^b	% hum. ^c relat.	Concentración de CVMd		% dif. ^e	Concentración de CVDMD		Tiempo def operación
				Entrada	Salida		Entrada	Salida	
1	104	105	0,8	34,5	N.D.	>99	3,0	N.D.	0,15
2	72	77	0,7	34,5	N.D.	>99	3,0	N.D.	0,60
3	71	77	0,7	34,5	N.D.	>99	3,0	N.D.	0,70
4	49	53	0,7	34,5	N.D.	>99	3,0	N.D.	0,85
5	48	52	0,6	34,5	N.D.	>99	3,0	N.D.	1,05
6	48	52	0,6	38,5	N.D.	>99	3,0	N.D.	1,30
7	23	23	0,6	38,5	N.D.	>99	3,0	N.D.	1,70
8	23	23	0,6	38,5	3,0	90	3,0	N.D.	2,35
9	23	23	0,5	43,5	15,0	65	3,0	0,5	3,45
10	36 ^s	38	0,5	43,5	23,5	45	3,0	0,5	3,75
11	36	38	0,5	43,5	24,5	45	3,0	0,5	3,90
12	46 ^s	52	0,5	43,5	14,5	65	3,0	N.D.	4,20
13	46 ^a	52	0,5	43,5	12,5	70	3,0	N.D.	4,35
14	61 ^a	66	0,5	43,5	6,0	85	3,0	N.D.	4,55
15	62	66	0,5	43,5	5,5	85	3,0	N.D.	4,70
16	73 ^s	78	0,5	43,5	3,5	90	3,0	N.D.	4,95
17	75	78	0,5	43,5	8,0	80	3,0	N.D.	5,35
18	102 ⁱ	104	1,7	39,0	N.D.	>99	3,5	N.D.	0,10

- 1 a. Temperatura de la corriente gaseosa a la entrada en y salida del lecho de catalizador, en °C.
- b-f. Véase Tabla I.
- g. Muestra obtenida 13 minutos después de aumentar la temperatura del reactor.
- 5 h. Muestra obtenida 11 minutos después de aumentar la temperatura del reactor.
- i. Muestra obtenida tras dejar que el catalizador se caliente a 104°C en el reactor durante aproximadamente 4 y 3/4 días.

10 Los datos de la Tabla III indican que la mezcla de catalizador presentó un nivel relativamente alto de actividad catalítica a baja humedad relativa, en el intervalo de temperaturas de aproximadamente 23°C a aproximadamente 104°C. Aunque se halló que la actividad catalítica a 23°C disminuye en aproximadamente 50 por ciento durante

15 aproximadamente 2 horas, el nivel de actividad aún era significativo tras este período de tiempo. Se halló que la actividad del catalizador para la incineración de cloruro de vinilideno era similar a la que presentó para el cloruro de vinilo.

20

EJEMPLO VI

Una solución de 100 gramos de sulfato de cobalto (II) heptahidratado, disueltos en 320 gramos de agua destilada, se añadió lentamente, con agitación enérgica, a una solución de 50 gramos de hidróxido sódico anhidro

25 disueltos en 100 gramos de agua destilada. Tras adición de la solución de sulfato de cobalto, la masa reaccionante se agitó durante aproximadamente 10 minutos. El producto precipitado se lavó exhaustivamente con agua destilada por decantación, utilizando una centrífuga. El precipitado

30 se lavó un total de cuatro veces. Tras lavar, el producto

1 precipitado se aisló por filtración. Luego se secó la torta
de filtración húmeda a aproximadamente 50°C durante aproxi-
madamente 20 horas. Tras secar, la torta de filtración se
5 granuló usando un mortero y su mano, a un producto de tama-
ño de partícula menor que 2,38 mm. La fracción de este pro-
ducto con tamaño de partícula menor que 2,38 mm y mayor que
0,595 mm se secó luego a aproximadamente 200°C durante apro-
ximadamente 5,5 horas. Se usó un vacío de 686 mm de mercurio
durante la hora final del período de secado. Se halló
10 que el contenido de cobalto en el óxido era aproximadamente
94,8 por ciento en peso, como óxido de cobalto (II, III),
por análisis elemental espectroscópico de rayos X. El aná-
lisis de difracción de rayos X indicó que había una fase
cristalina presente, y que esa fase era óxido de cobalto
15 (II, III) (Co_3O_4). El análisis termogravimétrico hasta
400°C indicó una pérdida total de peso de aproximadamente
3,1 por ciento.

Utilizando el aparato y método experimental del
Ejemplo II, se cargaron aproximadamente 12,5 gramos de es-
20 te catalizador de óxido de cobalto en el reactor, como le-
cho de catalizador, y se ensayó como catalizador de incine-
ración de cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno. Los re-
sultados se tabulan en la Tabla IV.

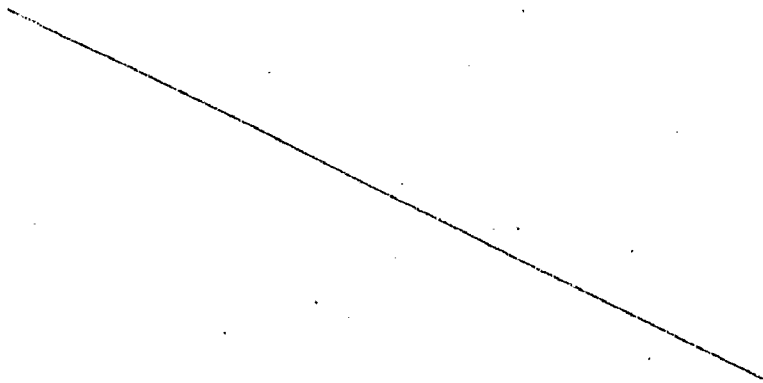


TABLA IV

Muestra número	Temperatura de entrada	Caudal ^b	% hum. ^c relat.	Concentración de CVM ^d		% dif. ^e	Concentración de CVDMD		Tiempo de operación
				Entrada	Salida		Entrada	Salida	
1	109	44	1,9	37,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	0,10
2	109	44	1,6	37,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	0,25
3	109	44	59 (7)	37,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	0,50
4	109	44	59 (27)	37,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	0,75
5	109	44	59 (38)	37,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	1,00
6	109	44	59 (52)	37,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	1,20
7	109	44	59 (77)	37,0	0,2	>99	2,5	N.D.	1,65
8	109	44	59 (88)	37,0	0,3	>99	2,5	N.D.	1,75
9	110 ^g	44	1,6	37,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	0,15

a-f Véase Tabla I.

g. Muestra restante obtenida tras pasar corriente de N₂/O₂ sólo a través del lecho de catalizador, a 110°C, durante 1,1 horas, a aproximadamente 0,9% de humedad relativa.

1 Los datos de la Tabla IV muestran que el catali-
zador de óxido de cobalto ensayado presentó alto nivel de
actividad catalítica respecto a la incineración de cloruro
de vinilo y cloruro de vinilideno a la temperatura de 104°C
5 del reactor, y bajo condiciones de humedad relativa alta y
baja. Esta muestra de óxido presentó una resistencia exce-
lente a la inhibición de la actividad catalítica por vapor
de agua. Así, incluso tras aproximadamente 1-1/2 horas de
operación a aproximadamente 60 por ciento de humedad rela-
10 tiva, se halló menos de 0,5 partes por millón de cloruro
de vinilo en el gas efluente del reactor, y no se pudo de-
tectar ninguna concentración de cloruro de vinilideno. Co-
mo en el caso del catalizador de óxido de cobalto del Ejem-
plo I, la pérdida de actividad tras contacto prolongado
15 con una atmósfera de mayor humedad se restauró por paso de
aire de humedad relativa baja a través del lecho de cata-
lizador calentado.

EJEMPLO VII

20 Aproximadamente 20 cc de un catalizador comer-
cial de óxido de cobalto sobre alúmina se secaron en un hor-
no de vacío, a una temperatura de aproximadamente 200°C
y vacío de aproximadamente 686 mm de mercurio, durante un
período de aproximadamente 2-1/2 horas. El contenido de
cobalto de este catalizador fue aproximadamente 18 por
25 ciento en peso, como óxido de cobalto (II) (CoO) y tenía
una superficie específica B.E.T. de 49 metros cuadrados
por gramo. Se cargaron 19,3 gramos del catalizador secado
en el reactor descrito en el Ejemplo II, y se ensayaron
como catalizador de incineración de cloruro de vinilo. Se
30 cargó el catalizador en el reactor con la temperatura del

1 reactor a 104°C, y atravesando el reactor una corriente ga-
seosa de nitrógeno/oxígeno 80/20. Esta corriente gaseosa
se precalentó a aproximadamente 108°C durante la carga.

5 El catalizador no mostró actividad respecto a la
incineración de cloruro de vinilo o cloruro de vinilideno
a un caudal de gas de 44 litros/hora, temperatura de entra-
da de aproximadamente 108°C y humedad relativa de aproxima-
damente 1,5 por ciento. El análisis espectroscópico de ra-
yos X de este catalizador comercial indicó que el cobalto
10 estaba presente como forma muy cristalina de óxido de co-
balto (II, III), y difería de las muestras de óxido de co-
balto preparadas según los Ejemplos I, IV y VI.

EJEMPLO VIII

15 Usando el método experimental del Ejemplo VI, se
preparó óxido de cobalto usando 93 gramos de sulfato de
cobalto (II) heptahidratado, disueltos en 300 gramos de
agua destilada, y 47 gramos de hidróxido sódico anhidro
disueltos en 94 gramos de agua destilada. El secado final
del producto se efectuó a aproximadamente 200°C durante un
20 periodo de aproximadamente 7 horas. Se usó un vacío de 686
mm de mercurio durante las dos horas finales del periodo
de secado. Se halló que el contenido de cobalto en el óxido
era aproximadamente 93,7 por ciento en peso, como óxido de
cobalto (II,III), por análisis elemental espectroscópico
25 de rayos X. El análisis de difracción de rayos X indicó que
había una fase cristalina presente, y esta fase se identi-
ficó como óxido de cobalto (II,III) (Co_3O_4). El análisis
termogravimétrico indicó una pérdida total de peso de apro-
ximadamente 3,6 por ciento en peso, a una temperatura de
30 400°C.

- 1 Utilizando el aparato y método del Ejemplo II, aproximadamente 7 gramos de este catalizador de óxido de cobalto se cargaron en el reactor como lecho de catalizador, y se ensayaron como catalizador de incineración de
- 5 cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno, a temperaturas comprendidas entre 23°C y 104°C. Los resultados se tabulan en la Tabla V.

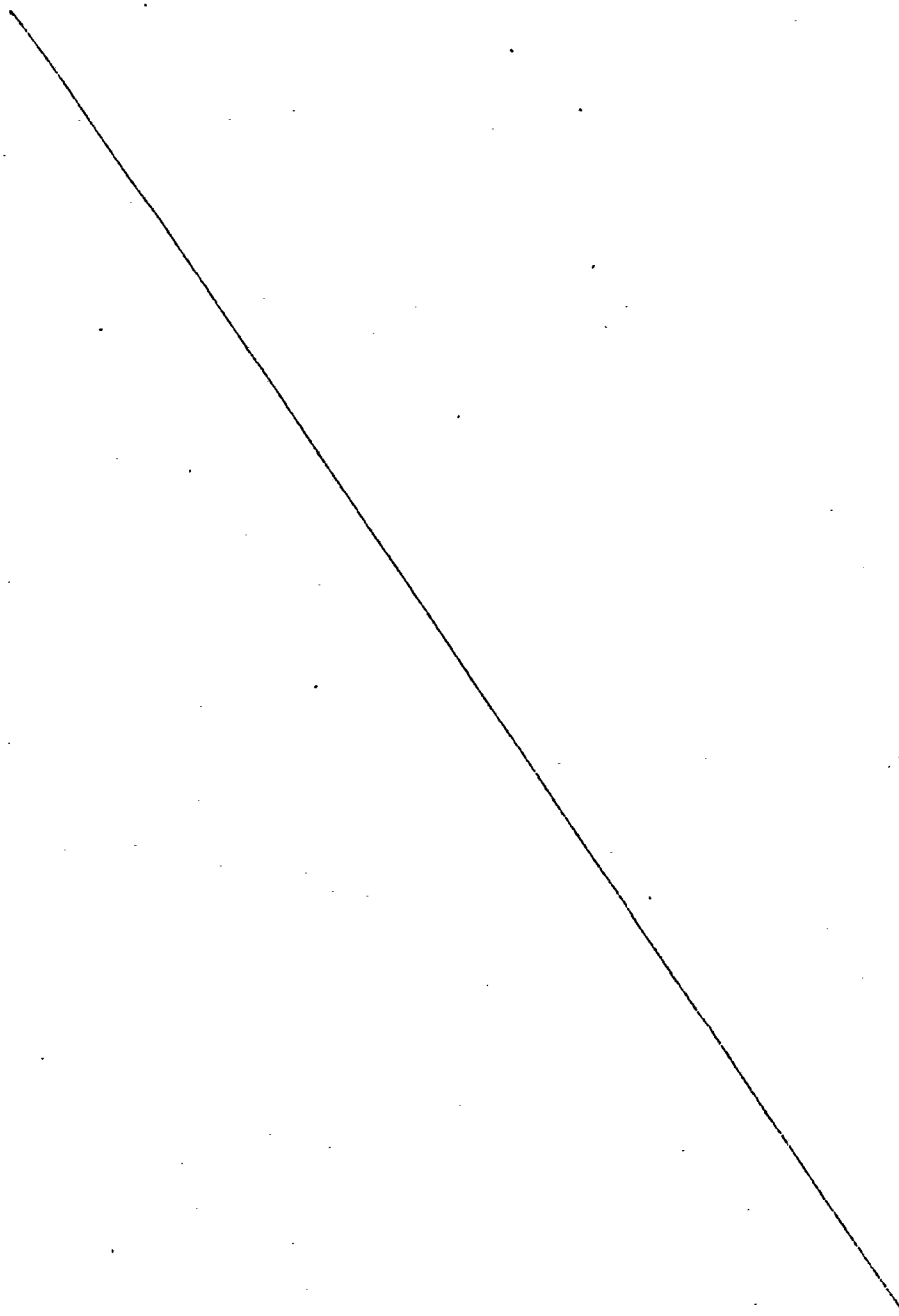


TABLA V

Muestra nº	Temperatura Entrada	Salida	Caudal ^p	% hum. c relat.	Concentración		% dif. e	Concentración de CVDm ^d	Tiempo de f operación	
					Entrada	Salida				
1	105	104	44	0,8	34,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	0,10
2	105	104	44	0,6	34,0	N.D.	>99	2,5	N.D.	0,40
3	23 ^g	23	44	1,0	37,5	28,0	25	3,0	1,5	0,10
4	23	23	44	0,8	37,5	29,0	25	3,0	1,5	0,25
5	47 ^h	49	44	0,7	37,5	9,5	80	3,0	N.D.	0,50
6	47	49	44	0,7	37,5	3,5	90	3,0	N.D.	0,55
7	47	49	44	0,7	37,5	3,0	90	3,0	N.D.	0,75
8	47	49	44	0,7	37,5	2,5	90	3,0	N.D.	0,90
9	72 ⁱ	73	44	0,7	38,0	0,5	99	3,0	N.D.	1,15
10	74	73	44	0,6	38,0	0,5	99	3,0	N.D.	1,35
11	102 ^j	102	44	0,6	38,0	N.D.	>99	3,0	N.D.	1,50
12	106	104	44	0,6	38,0	N.D.	>99	3,0	N.D.	1,65

- 1 a. Temperatura de la corriente gaseosa en la entrada y salida del lecho de catalizador, en °C.
- b-f. Véase Tabla I.
- 5 g. Muestras restantes obtenidas tras pasar corriente de N_2/O_2 sólo a través del lecho de catalizador, durante una noche, a 9 litros/hora, a aproximadamente 1,1% de humedad relativa. Se dejó enfriar el reactor hasta la temperatura ambiente.
- h. Muestra obtenida 14 minutos tras iniciar el calentamiento del reactor hasta 49°C.
- i. Muestra obtenida 8 minutos tras iniciar el calentamiento del reactor hasta 73°C.
- 10 j. Muestra obtenida 5 minutos tras iniciar el calentamiento del reactor hasta 104°C.

15 Los datos de la Tabla V muestran que el catalizador de óxido de cobalto ensayado presentó un nivel experimentalmente significativo de actividad catalítica respecto a la incineración de cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno a temperaturas de aproximadamente 23°C a 104°C, y bajo condiciones de baja humedad relativa.

EJEMPLO IX

20 El óxido de cobalto utilizado como lecho de catalizador en el Ejemplo VIII se calentó en el reactor a aproximadamente 104°C durante aproximadamente 1-3/4 días. Luego se ensayó el óxido de cobalto como catalizador de incineración de una mezcla de hidrocarburos de C_2 clorados, usando el mismo método descrito en el Ejemplo III. El flujo

25 total de corriente gaseosa de aire sintético que contiene hidrocarburo de C_2 clorado, a través del reactor, fue 44 litros por hora. Los datos obtenidos se recogen en la Tabla VI.

TABLA VI

Muestra número	% hum. relat. a	Concentración de CVM ^b		Concentración de CVDM ^b		Concentración de MC ^b		Concentración tricolor. ^b		Concentración perclor. ^b		Tiempo de operación ^c
		Entrada	Salida	Entrada	Salida	Entrada	Salida	Entrada	Salida	Entrada	Salida	
1	0,7 ^d	8,0	N.D.	8,0	N.D.	25,5	0,5	17,0	N.D.	10,0	3,5	0,20
2	0,5 ^e	8,0	N.D.	8,0	N.D.	25,5	N.D.	17,0	N.D.	10,0	1,0	0,70
3	0,4 ^e	8,0	N.D.	8,0	N.D.	25,5	N.D.	17,0	0,5	10,0	3,0	1,65
4	0,4 ^e	8,0	N.D.	8,0	N.D.	25,5	N.D.	17,0	1,5	10,0	4,5	2,20
5	0,4 ^e	8,0	N.D.	8,0	N.D.	25,5	N.D.	17,0	3,0	10,0	5,5	2,90
6	0,4 ^f	8,0	N.D.	8,0	N.D.	25,5	N.D.	17,0	N.D.	10,0	0,5	4,30
7	0,4 ^f	8,0	N.D.	7,0	N.D.	16,5	N.D.	17,5	N.D.	8,5	4,0	5,35
8	0,4 ^f	8,0	N.D.	7,0	N.D.	16,5	N.D.	17,5	0,5	8,5	8,0	6,35

a-c. Véase Tabla II.

d. Temperatura de entrada de 110°C, y temperatura del reactor de 104°C.

e. Temperatura de entrada de 148°C-149°C, y temperatura del reactor de 149°C-150°C.

f. Temperatura de entrada de 190°C-191°C, y temperatura del reactor de 199°C-200°C.

1 Los datos de la Tabla VI muestran que el cata-
lizador de óxido de cobalto del Ejemplo VIII presenta alto
nivel de actividad catalítica bajo condiciones de baja hu-
medad relativa en el intervalo de temperaturas de 104°C-
5 190°C, respecto al cloruro de vinilo, cloruro de vinilide-
no, metil-cloroformo y tricloroetileno. Aunque inicialmen-
te mostró una actividad catalítica relativamente alta res-
pecto al percloroetileno, tanto a 150°C como a 190°C, la
actividad disminuyó con relativa rapidez a ambas tempera-
10 turas.

EJEMPLO X

Se calentaron 7,5 gramos del óxido de cobalto
preparado en el Ejemplo VIII, durante un periodo de apro-
ximadamente dos horas, en un horno de mufla, a una tempe-
15 ratura de aproximadamente 500°C. Tras calentar, se deter-
minó el contenido de cobalto en el óxido tratado térmica-
mente, y se halló que era aproximadamente 96,2 por ciento
en peso, como óxido de cobalto (II,III), por análisis ele-
mental espectroscópico de rayos X. El análisis de difrac-
20 ción de rayos X indicó que había una fase muy cristalina
presente, y esta fase se identificó como óxido de cobalto
(II,III). El análisis termogravimétrico indicó una pérdi-
da total de peso de 0,5 por ciento en peso, a una tempe-
ratura de 400°C.

25 Utilizando el aparato y método del Ejemplo II,
aproximadamente 6,7 gramos de este catalizador de óxido
tratado térmicamente se cargaron en el reactor como lecho
de catalizador, y se ensayaron como catalizador de incine-
ración de cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno. Los re-
30 sultados obtenidos se tabulan en la Tabla VII.

TABLA VII

Muestra número	Temperatura de entrada	Caudal ^b	% hum. relat. ^c	Concentración de CVM ^d		% dif. e	Concentración de CVDM ^d		Tiempo de operación
				Entrada	Salida		Entrada	Salida	
1	109	44	0,6	41,5	N.D.	>99	2,5	N.D.	0,15
2	109	44	50 (10)	41,5	25,5	40	2,5	0,5	1,00
3	110	44	53 (17)	41,5	30,0	30	2,5	0,5	1,10
4	109 ^f	44	0,8	41,5	15,5	60	2,5	0,5	1,35
5	109	44	0,8	41,5	21,0	50	2,5	1,0	1,50
6	110 ^h	44	0,8	36,5	5,5	85	3,0	N.D.	0,15

a-f. Véase Tabla I.

g. Muestras restantes obtenidas después de que una interrupción aumentara la humedad relativa de la atmósfera.

h. Última muestra obtenida tras pasar corriente de N_2/O_2 sólo a través del lecho de catalizador, durante una noche, a 104^g y aproximadamente 0,3% de humedad relativa, a un caudal total de aproximadamente 44 litros/hora.

1 Los datos de la Tabla VII indican que la muestra
de óxido de cobalto tratada térmicamente presentó una sen-
sibilidad significativamente mayor a la inhibición de la
5 actividad catalítica, a niveles de humedad relativa aumen-
tados, que unas muestras de óxido no muy calentado, prepa-
radas de forma similar; p. ej., véase el Ejemplo VI. La
comparación de resultados del análisis elemental y análi-
sis termogravimétrico de este óxido de cobalto muy calen-
10 tado, con los resultados analíticos obtenidos con el óxido
de cobalto del Ejemplo VIII, indica que el calentamiento
del óxido de cobalto a aproximadamente 500°C redujo signi-
ficativamente la cantidad de agua de hidratación presente
en el catalizador.

EJEMPLO XI

15 Se dió a una muestra comercial de óxido de cobal-
to la forma de gránulos de aproximadamente 6,4 mm de diá-
metro y 6,4 mm de longitud, usando una prensa manual. Los
gránulos se secaron a aproximadamente 200°C durante apro-
ximadamente veinte horas. Durante las aproximadamente 3,5
20 horas finales del período de secado se usó un vacío de
660 mm de mercurio. El análisis elemental por espectros-
copia de rayos X indicó que el contenido de cobalto en el
óxido resultante era aproximadamente 92,9 por ciento en pe-
so, como Co_3O_4 . El análisis de difracción de rayos X indi-
25 có que había una fase cristalina presente, y que esa fase
era óxido de cobalto (II,III), Co_3O_4 . El análisis termogra-
vimétrico indicó una pérdida de peso total de aproxima-
damente 0,3 por ciento en peso, a una temperatura de 400°C.

30 Utilizando el aparato y método del Ejemplo II,
aproximadamente 14,5 gramos de este óxido se cargaron al

- 1 reactor como lecho de catalizador, y se ensayaron como catalizador de incineración de cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno, a una temperatura de reactor de 104°C. Los resultados se recogen en la Tabla VIII.

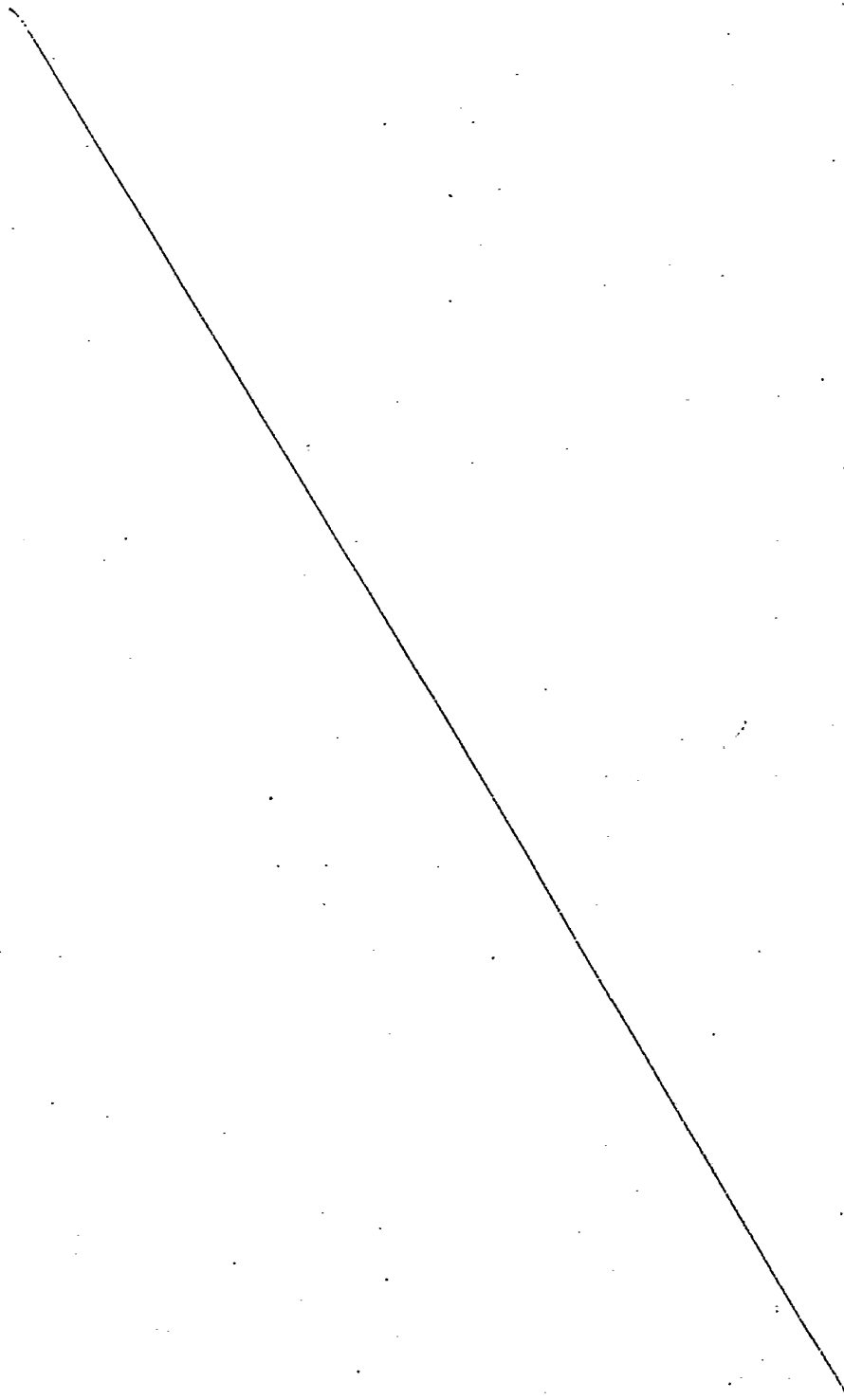


TABLA VIII

Muestra número	Temperatura de entrada	Caudal ^b	% hum. c relat.	Concentración de CVM ^d		% dif. e	Concentración de CVDMM ^f		Tiempo de operación ^f
				Entrada	Salida		Entrada	Salida	
1	102	44	0,7	35,0	26,0	25	2,5	1,5	0,15
2	102	9	1,2	35,0	21,0	40	2,5	0,5	0,50
3	102	44	51 (7)	35,0	32,5	5	2,5	2,0	0,70
4	102	9	28 (14)	35,0	31,5	5	2,5	1,5	0,80
5	102 ^g	9	1,4	35,0	24,0	30	2,5	0,5	1,05

a-f. Véase Tabla I.

g. Última muestra obtenida tras pasar corriente de N₂(CVM) / O₂ a través del lecho de catalizador durante 11 minutos, a aproximadamente 1,4% de humedad relativa y caudal total de 44 litros/hora.

1 La comparación de los datos de la Tabla VIII con
los datos de los ejemplos anteriores indica que esta mues-
tra de óxido de cobalto comercial presentó un nivel menor,
pero experimentalmente significativo, de actividad catalí-
5 tica respecto a la incineración de cloruro de vinilo y clo-
ruro de vinilideno. Los datos muestran también que este ca-
talizador de óxido de cobalto presentó un nivel alto de sen-
sibilidad a la inhibición de la actividad por vapor de
agua, en relación a la de los óxidos de cobalto de los
10 Ejemplos I-VI. Tanto el óxido de cobalto de este ejemplo
como el del Ejemplo X contenían cantidades relativamente
pequeñas de agua de hidratación, como lo indican los resul-
tados del análisis termogravimétrico.

EJEMPLO XII

15 A una muestra comercial de óxido de cobalto al
que se añadió aproximadamente 2,5 por ciento en peso de
agua destilada, como aglutinante, se dió forma de gránulos
usando el método del Ejemplo XI. Los gránulos se secaron
a aproximadamente 200°C durante aproximadamente ocho horas.
20 Durante las aproximadamente tres horas finales de secado
se usó un vacío de 660 mm de mercurio. El análisis elemen-
tal por espectroscopía de rayos X indicó que el contenido
de cobalto en el óxido resultante era aproximadamente 95,5
por ciento en peso, como óxido de cobalto (II). El análi-
25 sis de difracción de rayos X indicó que el óxido era predo-
minantemente óxido de cobalto (II) cristalino. El análisis
termogravimétrico indicó una pérdida total de peso menor
que aproximadamente 0,2 por ciento en peso, a una tempera-
tura de 350°C.

30 Utilizando el aparato y método del Ejemplo II,

- 1 aproximadamente 15 gramos de este óxido se cargaron en el reactor como lecho de catalizador, y se ensayaron como catalizador de incineración de cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno. Los resultados se tabulan en la Tabla IX.

TABLA IX

Muestra número	Temperatura ^a		Caudal ^b	% hum. ^c relat.	Concentración de CVDWd		% dif. e	Concentración de CVDWd		Tiempo def operación ^f
	Entrada	Salida			Entrada	Salida		Entrada	Salida	
1	112	104	44	0,7	36,5	30,0	15	3,0	2,5	0,15
2	112	104	9	1,8	36,5	22,0	40	3,0	2,0	0,35
3	133	131	9	1,4	36,5	16,0	55	3,0	2,0	1,00
4	133	132	9	1,3	36,5	20,5	45	3,0	2,5	1,50
5	131	130	9	1,3	36,5	21,5	40	3,0	2,5	2,15

a. Temperatura de la corriente gaseosa en la entrada a y salida del lecho de catalizador, en °C.

b-f. Véase Tabla I.

1 Los datos de la Tabla IX indican que esta muestra
de óxido de cobalto comercial presentó un nivel bajo, pero
experimentalmente significativo, de actividad catalítica
respecto a la incineración de cloruro de vinilo y cloruro
5 de vinilideno.

EJEMPLO XIII

A una muestra comercial de óxido de cobalto, a
la que se añadió aproximadamente 5 por ciento en peso de
agua destilada como aglutinante, se dió forma de gránulos
10 como en el Ejemplo XI. Los gránulos se secaron a aproxima-
damente 200°C durante aproximadamente siete horas. Durante
las aproximadamente tres horas finales de secado se usó
un vacío de 660 mm de mercurio. El análisis elemental por
espectroscopía de rayos X indicó que el contenido de cobal-
15 to en el óxido resultante era aproximadamente 95,3 por
ciento en peso, como óxido de cobalto (II,III) (Co_3O_4). El
análisis de difracción de rayos X indicó que el óxido era
predominantemente óxido de cobalto (II,III) cristalino. El
análisis termogravimétrico indicó una pérdida total de pe-
20 so de aproximadamente 0,1 por ciento en peso, a una tempe-
ratura de 400°C.

Utilizando el aparato y método del Ejemplo II,
aproximadamente 17,6 gramos de este óxido se cargaron en
el reactor como lecho de catalizador, y se ensayaron a una
25 temperatura del reactor de 104°C. Los resultados se tabulan
en la Tabla X.

I

TABLA X

Muestra n ^o	Temp. de entrada	Caudal ^b	% hum. ^c relat.	Concentración de CVM ^d Entrada	Concentración de CVM ^d Salida	% dif. ^e	Concentración de CVDMD ^f Entrada	Concentración de CVDMD ^f Salida	Tiempo de operación
1	117	9	1,2	36,5	2,5	95	3,0	N.D.	0,15
2	117	9	1,2	36,5	6,0	85	3,0	0,5	0,30
3	117	9	1,2	36,5	9,5	75	3,0	0,5	0,85

a-f. Véase Tabla I.

1 Los datos de la Tabla X indican que esta muestra
de óxido de cobalto comercial presentó un nivel de activi-
dad significativo respecto a la incineración de cloruro de
vinilo y cloruro de vinilideno. Los datos indican también
5 que esta muestra con poca agua de hidratación presenta apa-
rentemente una disminución de actividad relativamente rápi-
da con el tiempo.

EJEMPLO XIV

10 Se preparó un óxido de cobalto usando el método
experimental del Ejemplo I. La cantidad de cada reaccio-
nante usado fue 141 gramos de sulfato de cobalto (II) hep-
tabidratado disueltos en 450 gramos de agua destilada, 70
gramos de hidróxido sódico anhidro disueltos en 140 gramos
de agua destilada, y 22 gramos de solución acuosa de peró-
15 xido de hidrógeno al 35 por ciento en peso. Tras secar a
aproximadamente 50°C durante un periodo de aproximadamen-
te 5 horas, la torta de filtración se granuló con un mor-
tero y su mano. A la fracción de esta muestra de óxido
de cobalto con tamaño de partícula menor que 0,595 mm se
20 dió forma de gránulos como en el Ejemplo XI, y luego se
secó a aproximadamente 200°C durante un periodo de aproxi-
madamente 3 horas, bajo un vacío de 686 mm de mercurio.

25 Utilizando el aparato y método del Ejemplo II,
aproximadamente 3,6 gramos de este óxido se cargaron en
el reactor como lecho de catalizador, y se ensayaron a
una temperatura del reactor de 104°C. La mezcla de aire
sintetizado usada en la evaluación contenía 37,5 ppm de
cloruro de vinilo y 3 ppm de cloruro de vinilideno, y la
temperatura de entrada al reactor era 108°C. A un caudal
30 total de aproximadamente 9 litros/hora y humedad relativa

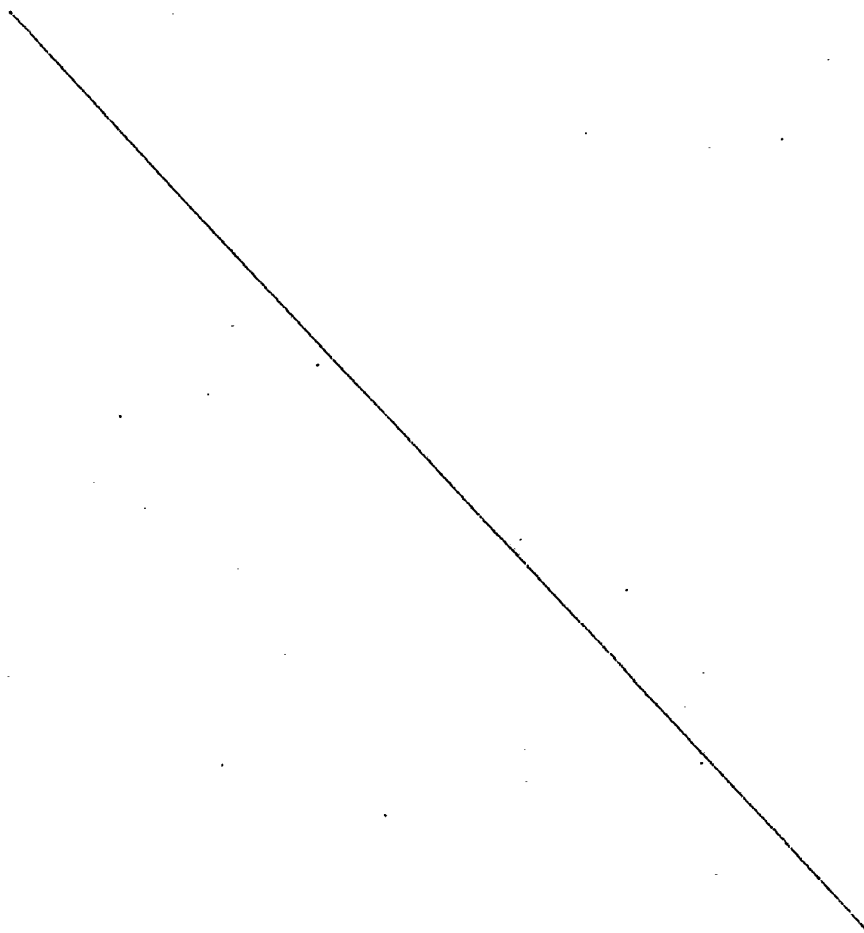
1 de aproximadamente 2,5 por ciento, sólo se halló en el es-
cape del reactor aproximadamente 0,5 ppm de cloruro de vi-
nilo, y ninguna cantidad detectable de cloruro de vinilide-
no. A un caudal total de aproximadamente 44 litros/hora y
5 humedad relativa de aproximadamente 1,2 por ciento, se ha-
lló en el gas efluente del reactor aproximadamente 9,5 ppm
de cloruro de vinilo y 0,5 ppm de cloruro de vinilideno. Es-
tos resultados, que se obtuvieron usando una cantidad de
óxido relativamente pequeña, demuestran que la menor activi-
10 dad de las muestras de óxido comercial de los Ejemplos
XI-XIII no era debida a la forma granulada del catalizador.

EJEMPLO XV

Usando el método experimental del Ejemplo VI, se
preparó una muestra de óxido de cobalto. Los reaccionantes
15 usados fueron 93 gramos de sulfato de cobalto (II) heptahi-
dratado disueltos en 300 gramos de agua destilada, y 47
gramos de hidróxido sódico anhidro disueltos en 94 gramos
de agua destilada. Tras lavar, aproximadamente un cuarto
de la torta húmeda de centrifugación se suspendió con apro-
20 ximadamente el doble de su volumen de sílice calcinada co-
mercial, en agua destilada. Tras aislamiento por filtración,
la torta de filtración húmeda se secó a aproximadamente 50°C
durante aproximadamente 2-3/4 días. Tras secar, la torta
de filtración se granuló usando un mortero y su mano, a un
25 producto de tamaño de partícula menor que 2,38 mm. La frac-
ción de este producto con tamaño de partícula menor que
2,38 mm y mayor que 0,595 mm se secó luego a aproximadamen-
te 200°C durante un periodo de aproximadamente 7 horas. Se
usó un vacío de 660 mm de mercurio durante las 4,5 horas fi-
30 nales de secado. Se halló que el contenido de cobalto del

1 óxido resultante era aproximadamente 57,9 por ciento en pe-
so, como óxido de cobalto (II,III) (Co_3O_4), por análisis
elemental por espectroscopía de rayos X. El análisis de di-
fracción de rayos X indicó que había una fase cristalina
5 presente, y esta fase se identificó como óxido de cobalto
(II,III). El análisis termogravimétrico indicó una pérdida
total de peso de 3,8 por ciento en peso, a una temperatura
de 400°C.

10 Utilizando el aparato y método del Ejemplo II,
aproximadamente 7,8 gramos de este óxido se cargaron en el
reactor como lecho de catalizador, y se ensayaron a una
temperatura de reactor de 104°C. Los resultados obtenidos
se tabulan en la Tabla XI.



H

TABLA XI

Muestra nº	Temp. de entrada ^a	Caudal ^b	% hum. relat. ^c	Concentración de CVM ^d Entrada	% dif. e	Concentración de CVDMD ^e Salida	Tiempo de operación ^f
1	107	44	1,4	39,0	>99	3,5	0,10
2	105	44	50 (4)	39,0	>99	3,5	0,20
3	107	44	56 (64)	39,0	85	3,5	1,25
4	108	44	56 (75)	39,0	80	3,5	1,40
5	108	44	56 (91)	39,0	70	3,5	1,70
6	108	44	57 (110)	39,0	55	3,5	2,00
7	108	44	57 (130)	39,0	50	3,5	2,35
8	108 ^g	44	1,2	39,0	>99	4,0	2,80
9	108	44	1,1	39,0	99	4,0	3,20
10	108	44	1,1	39,0	95	4,0	3,35
11	108	44	1,0	39,0	95	4,0	3,50
12	108	44	1,0	39,0	90	4,0	3,70
13	108	44	1,0	39,0	90	4,0	4,00

a-f. Véase Tabla I.

g. Muestras restantes obtenidas tras pasar corriente de N₂(CVM)/O₂ a través del lecho de catalizador a 10420 durante 23 minutos, a aproximadamente 1,4% de humedad relativa.

1 Los datos de la Tabla XI indican que las mues-
tras de óxido de cobalto-sílice calcinada presentaron alto
nivel de actividad catalítica respecto a la eliminación
de tanto cloruro de vinilo como cloruro de vinilideno, en
5 condiciones de humedad relativa alta y baja. Como en el
caso de varias de las muestras anteriores de óxido de co-
balto (véanse los Ejemplos II y VI), la pequeña pérdida de
actividad tras contacto prolongado con la atmósfera de ma-
yor humedad se restauró por paso de aire de humedad relati-
10 va baja a través del lecho de catalizador calentado.

EJEMPLO XVI

Tras lavar con agua destilada y secar durante
una noche a aproximadamente 70°C bajo un vacío de 660 mm
de mercurio, 20 gramos de una alúmina activada comercial,
15 de 2,38-1,41 mm, se impregnaron bajo vacío con una solu-
ción de 20 gramos de sulfato de cobalto (II) heptahidrata-
do disueltos en 20 gramos de agua destilada. Tras decantar
el exceso de solución de sulfato de cobalto (II), las par-
tículas de alúmina se secaron a aproximadamente 70°C bajo
20 un vacío de 660 mm de mercurio, durante aproximadamente 2
horas. Las partículas de alúmina secada se hicieron reaccio-
nar luego con una solución de 5 gramos de hidróxido sódico
anhidro disueltos en 20 gramos de agua destilada, durante
un periodo de aproximadamente 1 hora a aproximadamente
25 70°C. Tras separar por decantación el exceso de solución
cáustica, las partículas de alúmina se lavaron luego con
agua destilada. Las partículas de alúmina se secaron a apro-
ximadamente 70°C durante aproximadamente 2 horas, y luego
a aproximadamente 200°C durante aproximadamente 18 horas.
30 Durante las 2,5 horas finales del último periodo de secado

1 se usó un vacío de 660 mm de mercurio. Se determinó que el contenido de cobalto era 7,9 por ciento en peso, como óxido de cobalto (II,III) (Co_3O_4), por análisis elemental espectroscópico de rayos X.

5 Utilizando el aparato y método del Ejemplo II, aproximadamente 17 gramos de este óxido de cobalto, sobre una muestra de alúmina activada, se cargaron en el reactor como lecho de catalizador, y se ensayaron a una temperatura del reactor de 104°C. Los resultados se reco-
10 gen en la Tabla XII.

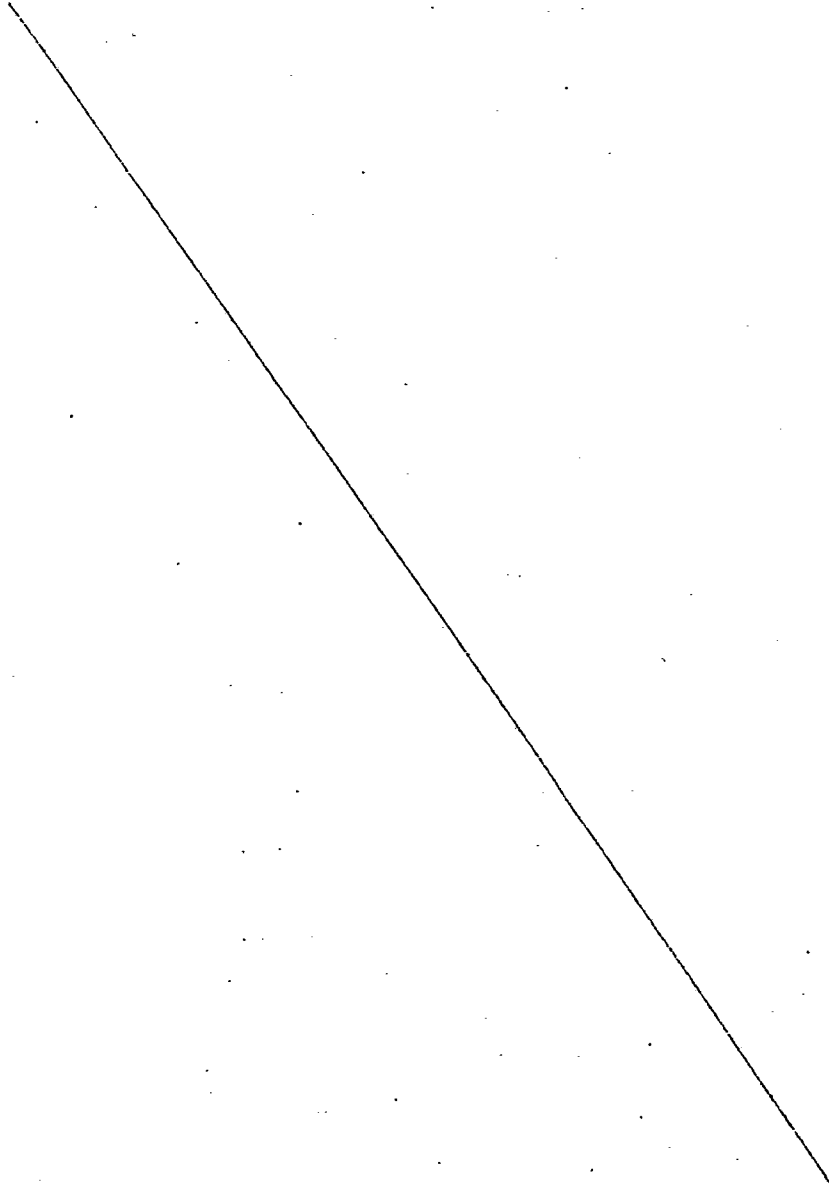


TABLA XIII

Muestra n ^o	Temp. de entrada	Caudal ^b	% hum. c relat.	Concentración de CVMD		% dif. e	Concentración de CVMD		Tiempo de operación
				Entrada	Salida		Entrada	Salida	
1	105	44	0,9	35,5	23,5	35	2,5	0,5	0,10
2	104	44	0,7	35,5	24,0	35	2,5	1,0	0,50
3	103	9	1,4	32,5	6,0	80	2,5	N.D.	0,75
4	103	9	1,4	32,5	9,0	70	2,5	0,5	1,90
5	105 ^g	9	47 (30)	35,0	33,0	--	2,5	2,0	2,45
6	105 ^h	9	1,7	35,0	20,5	40	2,5	1,5	2,65

a-f. Véase Tabla I.

g. Muestra obtenida tras pasar corriente gaseosa humidificada a través del lecho de catalizador, a aproximadamente 50% de humedad relativa, durante 27 minutos a un caudal total de 44 litros/hora y 3 minutos a 9 litros/hora.

h. Muestra obtenida tras pasar corriente de N₂(CVM)/O₂ a través del lecho de catalizador, a un caudal total de 44 litros/hora durante 8 minutos.

1 Los datos de la Tabla XII indican que este óxido
de cobalto sobre muestra de alúmina activada presentó un
nivel significativo de actividad respecto a la incineración
del cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno, a baja hume-
5 dad relativa.

EJEMPLO XVII

Aproximadamente veinte gramos de hidróxido de co-
balto (II) disponible comercialmente se pusieron en suspen-
sión con 150 gramos de agua destilada. Se filtró la suspen-
10 sión, y la torta de filtración se secó a aproximadamente
70°C durante aproximadamente dos días. La torta de filtra-
ción secada se pulverizó con un mortero y su mano. La frac-
ción de tamaño de partícula menor que 2,38 mm y mayor que
0,595 mm se secó luego a aproximadamente 200°C durante
15 5-1/4 horas. Durante las tres últimas horas de este perío-
do de secado se aplicó a la muestra un vacío de 673 mm de
mercurio. Se determinó que el contenido de cobalto del pro-
ducto secado era 93,6 por ciento en peso de óxido de cobal-
to (II,III), como Co_3O_4 . El análisis de difracción de rayos
20 X indicó que había una fase cristalina presente, que se
identificó como óxido de cobalto (II,III). Se halló que la
superficie específica del producto de óxido de cobalto era
115 m²/gramo.

Aproximadamente 10 gramos de este óxido de cobal-
25 to se cargaron en el reactor descrito en el Ejemplo II, co-
mo lecho de catalizador, y se ensayaron como catalizador de
incineración de cloruro de vinilo. El lecho de catalizador
ocupó un volumen de aproximadamente 13 centímetros cúbicos.
Se siguió el método del Ejemplo II, excepto en que se sumi-
30 nistró cloruro de vinilo al sistema mediante una botella de

1 gas típico, de nitrógeno que contenía 2,5 por ciento en pe-
so de cloruro de vinilo, medido analíticamente. La canti-
dad de cloruro de vinilo introducida en el reactor se con-
troló por la cantidad de nitrógeno que contenía cloruro de
5 vinilo que se dejó pasar al sistema. La corriente de aire
sintético se introdujo en el reactor en cantidad de 44 li-
tros por minuto. Las condiciones bajo las que se efectuó
el ensayo, y los resultados del mismo, se recogen en la
Tabla XIII.

TABLA XIII

<u>Temp. de entrada</u>	<u>Temp. del reactor</u>	<u>% hum. c. relat.</u>	<u>Concentración de CVMd</u>	<u>% dif. e</u>	<u>Tiempo de operación</u>
			<u>Entrada Salida</u>		
108	104	0,2	800 1,0	>99	0,20
106	104	0,2	780 75	90	0,45
104	104	0,2	770 240	70	0,65
103 ^g	104	0,2	430 150	65	0,90
103	104	0,2	450 170	60	1,10
103	104	0,2	450 180	60	1,20
133 ^h	146	0,2	450 N.D.	>99	1,30
164 ⁱ	188	0,2	440 N.D.	>99	1,50
164 ^j	188	0,2	820 N.D.	>99	1,60

- 1 a. Temperatura de la corriente gaseosa a la entrada al lecho de catalizador, en $^{\circ}\text{C}$.
- b. Temperatura del reactor en $^{\circ}\text{C}$.
- c. Humedad relativa (%) de la corriente gaseosa de aire sintético, a 23°C .
- 5 d. Concentración de CVM en ppm; N.D. significa no detectado; los valores de < 100 ppm están redondeados a 5 ppm; los valores de > 100 ppm están redondeados a 10 ppm.
- e. % de diferencia aproximada en las concentraciones de CVM de entrada y salida.
- f. Tiempo total aproximado de operación, en horas.
- 10 g. Muestra obtenida 10 minutos tras reducir la concentración de CVM.
- h. Muestra obtenida 6 minutos tras aumentar la temperatura del reactor.
- i. Muestra obtenida 10 minutos tras aumentar la temperatura del reactor.
- j. Muestra obtenida 5 minutos tras aumentar la concentración de CVM.

15

Los datos de la Tabla XIII muestran que a una temperatura del reactor de 104°C la actividad del catalizador parece caer rápidamente y luego se estabiliza. Cuando se eleva la temperatura del reactor, hay un aumento significativo de la actividad del catalizador.

20

Ensayos adicionales con el catalizador del Ejemplo XVII mostraron que cuando se excedió la capacidad aparente del catalizador para incinerar cloruro de vinilo se observaron otros hidrocarburos de C_2 clorados en el producto gaseoso que salía del reactor. Por ejemplo, cuando una corriente de aire sintético de 20 por ciento de humedad relativa, y que contenía 2960 ppm de cloruro de vinilo, se pasó por el lecho de catalizador con caudal de 9 litros por hora (tiempo de permanencia aparente de aproximadamente 5 segundos) y una temperatura de 188°C , se determinó que

25

30

1 la salida del reactor tenía 680 ppm de cloruro de vinilo,
23 ppm de cloruro de vinilideno, 190 ppm de 1,2-dicloroeti-
leno, aproximadamente 11 ppm de tricloroetileno, y 280 ppm
5 de tricloroetano. Este resultado indica que bajo condicio-
nes de excesivo tiempo de permanencia y exceso de cloruro
de vinilo (más allá de la capacidad del catalizador) tie-
nen lugar reacciones secundarias. Cuando la humedad rela-
tiva de la corriente gaseosa se disminuyó hasta aproxima-
10 damente 0,9 por ciento, hubo una disminución significati-
va de las concentraciones de los subproductos formados.
Así, la concentración relativa de subproductos depende de
las condiciones de operación, p. ej. la concentración de
cloruro de vinilo en la alimentación al reactor, humedad
relativa de los gases de alimentación, temperatura del
15 reactor, tiempo de permanencia, actividad del cataliza-
dor, etc.

Tras extensos ensayos a la temperatura del reac-
tor de 188°C, en presencia de concentraciones de cloruro
de vinilo tan altas como 3300 ppm, se halló que la super-
20 ficie específica del catalizador de óxido de cobalto era
42 m²/gramo. La reducción de la superficie específica es
consistente con la disminución inicial de actividad obser-
vada en la Tabla XIII.

Los anteriores ejemplos demuestran que los óxi-
25 dos de cobalto hidratados presentan gran actividad cata-
lítica a temperaturas de aproximadamente 20°C, p. ej. 23°C,
a aproximadamente 190°C, p. ej. 188°C, bajo condiciones
de humedad relativa baja y alta, respecto a la incinera-
ción de hidrocarburos de C₂ halogenados, p. ej. clorados,
30 tales como cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, me-

1 til-cloroformo y tricloroetileno, especialmente cloruro de
vinilo y vinilideno. Los anteriores ejemplos también mues-
tran que los catalizadores de óxido de cobalto que no tie-
nen un nivel significativo de agua de hidratación, p. ej.
5 mayor que 1, preferiblemente mayor que 2 ó 3, por ciento
en peso (según se determina por análisis termogravimétrico
hasta 400°C), son útiles bajo condiciones de baja humedad
relativa. Se prefieren los catalizadores de óxido de cobal-
to hidratado. Además, los ejemplos demuestran que el conte-
10 nido de hidrocarburo de C₂ halogenado de la corriente ga-
seosa que los contiene se puede reducir de las concentra-
ciones presentes en la corriente gaseosa hasta niveles in-
feriores, preferiblemente hasta menos que 10 ppm, p. ej.
menos que 0,5 ppm (cuando las concentraciones iniciales
15 son mayores que el nivel reducido preferido).

Los catalizadores antes descritos hallarán particu-
lar aplicación en la reducción de hidrocarburos de C₂
clorados, p. ej. cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno,
en corrientes de aire que los contienen. Así, se considera
20 que las descargas de purga a la atmósfera de áreas de tra-
bajo confinadas, en instalaciones de producción de poli-
(cloruro de vinilo), instalaciones de depósitos de almace-
namiento de cloruro de vinilo, instalaciones de producción
de hidrocarburo de C₂ clorado, etc, se puedan tratar para
25 reducir la concentración de tales hidrocarburos de C₂ clo-
rados, apreciablemente, por el procedimiento de la presen-
te invención.

La concentración de hidrocarburos de C₂-C₄ halo-
genados, p. ej. clorados, en corrientes gaseosas que los
30 contienen, p. ej. corrientes de aire, puede variar. Común-

1 mente, la concentración en corrientes de aire estará por
debajo o encima del intervalo explosivo. Por ejemplo, la
concentración de cloruro de vinilo en corrientes de aire
se mantiene típicamente por debajo de 4 por ciento en pe-
5 so. Por tanto, se considera que el presente procedimiento
halle aplicación en corrientes de aire que contienen menos
de 4, p. ej. menos de 1, por ciento en peso de cloruro de
vinilo. Además, el presente procedimiento es útil para
incineración de cloruro de vinilo incluso a bajos niveles
10 de concentración, p. ej. menos que 0,05 por ciento en pe-
so (500 ppm), e incluso menos que 0,01 por ciento en peso
(100 ppm). Como ilustran los ejemplos, la incineración de
cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno tiene lugar in-
cluso a concentraciones menores que 100 ppm, p. ej. 50 ppm
15 y 10 ppm. Así, el intervalo de concentraciones de cloruro
de vinilo puede variar entre aproximadamente 0,0005 (5
ppm) y 4 por ciento en peso, p. ej. entre aproximadamente
0,001 (10 ppm) y 0,1 (1000 ppm), más usualmente entre
0,001 y 0,05, por ciento en peso. Con buena ventilación
20 se puede obtener un intervalo de 0,001 a 0,01 (100 ppm)
por ciento en peso de cloruro de vinilo en la corriente
gaseosa. Los niveles antes mencionados se consideran apli-
cables para los otros hidrocarburos de C_2-C_4 halogenados
aquí descritos, o combinaciones de tales hidrocarburos ha-
25 logenados en corrientes gaseosas.

En una aplicación de la presente invención, se
considera que las corrientes gaseosas de purga a la atmós-
fera que contienen hidrocarburos de C_2-C_4 halogenados, p.
eje. clorados, tal como cloruro de vinilo, p. ej. corrien-
30 tes de aire que contienen cloruro de vinilo, se sequen has

1 ta una humedad relativa baja, es decir, menor que 5 por
ciento, preferiblemente menor que aproximadamente 2 por
ciento, por absorción, adsorción, compresión, enfriamiento
o compresión y enfriamiento. Un medio sencillo y eficaz pa-
5 ra secar tal corriente gaseosa es pasar el gas por una co-
lumna de secado que contiene un desecador sólido o líquido
de los que se han descrito ejemplos anteriormente. Luego,
la corriente gaseosa secada se precalienta hasta aproxima-
damente 100°C-200°C, por vapor de agua residual a baja pre-
10 sión, y se introduce en un lecho de catalizador, p. ej. fi-
jo o fluído, que contiene el catalizador de óxido de cobal-
to de la presente invención, junto con una cantidad oxidan-
te de oxígeno. El lecho se puede calentar también con el
vapor de agua residual de baja presión. El gas efluente
15 del reactor se puede lavar por técnicas usuales, para eli-
minar el gas cloruro de hidrógeno subproducto, p. ej. en
un lavador cáustico, y el gas inocuo efluente de los me-
dios de lavado utilizados se descarga de manera aceptable
para el medio ambiente.

20 También se considera que los óxidos metálicos
de la presente invención se puedan usar en dispositivos
respiratorios protectores para individuos, p. ej. una más-
cara antigás. La actividad del óxido de cobalto de la pre-
sente invención a temperatura ambiente, al menos durante
25 cortos periodos de tiempo, puede proporcionar el tiempo re-
querido para que un individuo abandone sin riesgo un área
contaminada y alcance una zona de seguridad, es decir, un
área no contaminada. Se considera que cualquier máscara
de gases usual se pueda modificar para incluir una capa
30 adicional del óxido de cobalto de la presente invención,

1 o tal óxido puede reemplazar a un material catalítico ya
contenido en la máscara antigás, pero no necesario para la
aplicación antes mencionada.

5 Típicamente, una máscara antigás comprende un
conjunto de bote (cilíndrico o rectangular) que tiene pare
des laterales, una tapa inferior y una tapa superior en ex
tremos opuestos del bote, que hacen cierre hermético con
el conjunto de bote mediante juntas tóricas u otros medios
10 adecuados de cierre hermético. Las tapas contienen medios
de entrada y salida de aire. Dentro del bote hay una plu
ralidad de conjuntos espaciados de mallas paralelas, entre
las cuales hay capas de adsorbentes y catalizadores para
eliminar los vapores objetables del aire que atraviesa el
bote. Típicamente, la primera capa con que se pone en con
15 tacto el aire que entra es un carbón activado, seguido por
al menos una capa de desecador, p. ej. sosa cáustica cal
cinada sobre piedra pómez, cloruro cálcico calcinado, etc.
Después se puede disponer el óxido de cobalto de la presen
te invención, para oxidación catalítica de hidrocarburo de
20 C_2-C_4 halogenado, seguido por una capa protectora de dese
cador, para proteger al óxido de la humedad que llegue por
encima. Típicamente, las capas individuales de adsorbentes
y catalizadores están separadas por mallas de alambre pa
ra
25 de lana de algodón. El conducto de entrada de aire contie
ne una válvula de retención para permitir que el aire pase
en una dirección, es decir, hacia dentro, y un filtro para
eliminar los sólidos suspendidos incluidos en la toma de
aire. La salida de aire está conectada a una pieza de boca,
30 mediante unos medios de manguera. La pieza de boca puede

1 estar también provista de medios de descarga de aire en
sentido único, para eliminar el aire exhalado por el usua-
rio de la máscara.

5 Aunque el presente procedimiento se ha descrito
con referencia a detalles específicos de ciertas realiza-
ciones del mismo, no se pretende que tales detalles sean
considerados como limitaciones del alcance de la invención,
excepto en cuanto a y en la medida en que estén incluidos
en las reivindicaciones adjuntas.

10

REIVINDICACIONES

15 Los puntos de invención propia y nueva que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-
te de Invención en España, por VEINTE años, son los que
se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20 1ª.- Método para tratar una corriente gaseosa
que contiene hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado, eligiéndose
dicho hidrocarburo halogenado del grupo que consta de
hidrocarburos clorados y bromados, que comprende poner en
contacto el hidrocarburo halogenado con una cantidad oxi-
dante de un gas que contiene oxígeno, en presencia de un
25 catalizador de óxido de cobalto, a temperaturas compren-
didas entre 20°C y 500°C, durante un tiempo suficiente pa-
ra reducir el contenido de hidrocarburo halogenado en la
corriente gaseosa, siendo dicha temperatura tal que inhiba
la pérdida, inducida por el agua, de la actividad del ca-
30 talizador.

1 2ª.- Método según la reivindicación 1ª, donde el
hidrocarburo halogenado es cloruro de vinilo, cloruro de vi-
nilideno, dicloruro de etileno, 1,1,1-tricloroetano, 1,1,2-
5 -tricloroetano, tricloroetileno, percloroetileno, o mezclas
de tales hidrocarburos halogenados.

 3ª.- Método según la reivindicación 1ª, donde la
corriente gaseosa es una corriente de aire.

 4ª.- Método según la reivindicación 3ª, donde la
10 corriente gaseosa contiene de 0,0005 a 4 por ciento en peso
de hidrocarburo halogenado.

 5ª.- Método según la reivindicación 1ª, donde la
temperatura es de 50°C a 300°C.

 6ª.- Método según la reivindicación 1ª, donde el
15 óxido de cobalto es óxido de cobalto hidratado, y se elige
del grupo que consta de óxido de cobalto (II), óxido de co-
balto (III) y óxido de cobalto (II,III).

 7ª.- Método según la reivindicación 1ª, donde la
20 humedad relativa de las corrientes gaseosas combinadas que
entran en contacto con el catalizador es menos que 5 por
ciento.

 8ª.- Método según la reivindicación 7ª, donde la
humedad relativa es menos que aproximadamente 2 por ciento.

 9ª.- Método según la reivindicación 6ª, donde el
25 óxido de cobalto hidratado contiene agua de hidratación en
cantidad al menos tan grande como la obtenida secando una
torta de filtración acuosa del óxido de cobalto precipitado,
a 200°C.

 10ª.- Método según la reivindicación 1ª, en el que
30 la corriente gaseosa es aire, y el hidrocarburo halogenado,
tiene 2 átomos de carbono y está clorado, que comprende po-

1 ner en contacto el hidrocarburo clorado con una cantidad
oxidante de oxígeno, a temperaturas dentro del intervalo
de 20°C a 500°C, en presencia de un catalizador de óxido
de cobalto, durante un tiempo suficiente para reducir el
5 contenido de hidrocarburo de C₂ clorado en la corriente
de aire, siendo dicha temperatura tal que inhíba la pérdi-
da, inducida por agua, de actividad del catalizador.

11ª.- Método según la reivindicación 10ª, donde
el hidrocarburo clorado es cloruro de vinilo, cloruro de
10 vinilideno, dicloruro de etileno, 1,1,1-tricloroetano,
1,1,2-tricloroetano, tricloroetileno, percloroetileno, o
mezclas de tales hidrocarburos clorados.

12ª.- Método según la reivindicación 10ª, donde
el hidrocarburo clorado contiene de 2 a 3 átomos de cloro.

13ª.- Método según la reivindicación 11ª, donde
15 el óxido de cobalto es óxido de cobalto hidratado.

14ª.- Método según la reivindicación 13ª, donde
la humedad relativa de las corrientes gaseosas combinadas
que entran en contacto con el catalizador es menos que 5
20 por ciento.

15ª.- Método según la reivindicación 14ª, donde
la temperatura está comprendida entre 20°C-300°C.

16ª.- Método según la reivindicación 14ª, donde
el catalizador de óxido de cobalto hidratado es óxido de
25 cobalto (II), óxido de cobalto (III) u óxido de cobalto
(II,III).

17ª.- Método según la reivindicación 1ª, en el
que se reduce el contenido de cloruro de vinilo de una co-
rriente gaseosa que contiene cloruro de vinilo, que com-
30 prende poner en contacto el cloruro de vinilo de la co-

1 rriente gaseosa con una cantidad oxidante de gas que con-
tiene oxígeno, en presencia de catalizador de óxido de co-
balto elegido del grupo que consta de óxido de cobalto (II),
5 óxido de cobalto (III) y óxido de cobalto (II,III), a tem-
peraturas comprendidas entre 20°C y 300°C, durante un tiem-
po suficiente para reducir el contenido de cloruro de vini-
lo de la corriente gaseosa, siendo dicha temperatura tal
que inhiba la pérdida, inducida por agua, de actividad del
catalizador.

10 18ª.- Método según la reivindicación 17ª, donde
el óxido de cobalto es óxido de cobalto hidratado.

15 19ª.- Método según la reivindicación 18ª, donde
la humedad relativa de las corrientes de gas combinadas
que entran en contacto con el catalizador es menor que 5
por ciento.

20 20ª.- Método según la reivindicación 17ª, donde
la corriente gaseosa que contiene cloruro de vinilo es una
corriente de aire, y la corriente de aire tiene una humedad
relativa menor que 5 por ciento, antes de entrar en con-
tacto con el catalizador de óxido de cobalto.

21ª.- Método según la reivindicación 20ª, donde
la humedad relativa de la corriente de aire es menor que
2 por ciento, y el catalizador de óxido de cobalto es óxido
de cobalto hidratado.

25 22ª.- Método según la reivindicación 21ª, donde
la temperatura está comprendida entre 80°C y 250°C.

30 23ª.- Método según la reivindicación 17ª, donde
la cantidad total de gas que contiene oxígeno es al menos
la cantidad que se requiere para oxidar el contenido de
carbono e hidrógeno del cloruro de vinilo, a dióxido de

1 carbono y agua.

24ª.- Método según la reivindicación 17ª, donde el contenido de cloruro de vinilo de la corriente gaseosa es de 0,001 a 0,1 por ciento en peso.

5 25ª.- Método para tratar una corriente gaseosa que contiene hidrocarburo de C_2-C_4 halogenado.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de setenta y tres hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 08.ENE.1977

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder