



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 019**

51 Int. Cl.:
C01B 7/07 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07724740 .1**

96 Fecha de presentación : **30.04.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **2021275**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.02.2009**

54 Título: **Procedimiento mejorado para la purificación de cloruro de hidrógeno anhidro gaseoso.**

30 Prioridad: **12.05.2006 US 433809**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.06.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.06.2011

73 Titular/es: **Bayer MaterialScience AG.
51368 Leverkusen, DE
Bayer MaterialScience L.L.C.**

72 Inventor/es: **Boonstra, Eric, F.;
Teepe, John, M.;
Vandekemp, Renae, M.;
Hielscher, Anke y
Hallenberger, Kaspar**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 362 019 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento mejorado para la purificación de cloruro de hidrógeno anhidro gaseoso

Antecedentes de la invención

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para purificar cloruro de hidrógeno anhidro gaseoso (“abreviadamente en inglés aHCl”), y preferiblemente el cloruro de hidrógeno anhidro gaseoso recuperado a partir de un procedimiento de producción de isocianato. En el procedimiento de la presente invención, el contenido de extractos orgánicos clorados se puede reducir desde hasta 1000 ppm en volumen hasta por debajo de 10 ppm en niveles de volumen. Por lo general, el procedimiento de la invención permite que los niveles de los extractos orgánicos clorados se reduzcan de 1 a 100 ppm, haciendo que el cloruro de hidrógeno gaseoso tratado se pueda usar en un
10 procedimiento de oxiclорación catalítica o un procedimiento Deacon. El gas tratado también es adecuado para la absorción en agua o ácido clorhídrico diluido.

Una serie de procedimientos químicos importantes generan aHCl en forma de un subproducto. Ejemplos de tales procedimientos incluyen procedimientos de clорación, procedimientos de producción de silano y procedimientos de fosgenación. Ya que no se puede disponer de grandes cantidades de aHCl, uno de los desafíos encontrados con cada uno de estos procedimientos es la purificación del aHCl generado para obtener un producto técnico o materia prima que se pueda usar para otros procedimientos. Se han propuesto varios procedimientos para purificar aHCl generado durante procedimientos de producción. El tratamiento térmico del aHCl a temperaturas de 800 °C hasta 1600 °C se describe en la patente de Estados Unidos 5.126.119. La condensación y destilación completas bajo presión elevada se describe en la patente de Estados Unidos 4.935.220. Los procedimientos descritos en estas patentes requieren elevadas cantidades de energía y equipo costoso.
15

En la patente de Estados Unidos 6.719.957 se describe el tratamiento de aHCl a presiones de 5 a 20 bares y temperaturas absolutas y finales por debajo de -20 °C. El procedimiento descrito en la patente '957 da como resultado niveles contaminantes ocasionalmente inaceptables para usar en la producción de cloruro de vinilo. El nivel contaminante conseguido siempre es inaceptable para usar en procedimientos Deacon.
20

En los procedimientos de fosgenación del mercado para la producción de isocianatos tales como TDI (diisocianato de tolueno), MDI (diisocianato de difenilmetano) y HDI (diisocianato de hexametileno), se forman dos moles de aHCl por grupo isocianato producido. Esta gran cantidad de subproducto se debe usar en un procedimiento secundario.
25

Un procedimiento secundario de este tipo es la producción de ácido muriático. Sin embargo, el volumen de subproducto de HCl producido supera con frecuencia la demanda del mercado. Otra alternativa es usar el aHCl en un procedimiento de oxiclорación catalítica con etileno para producir dicloruro de etileno y finalmente cloruro de vinilo en forma del producto comercial. Este procedimiento catalítico es muy sensible a pequeñas cantidades de compuestos orgánicos, en particular compuestos (cloro-) aromáticos que pueden desactivar el catalizador usado.
30

Otro procedimiento secundario es el procedimiento Deacon, que produce cloro y agua pasando HCl gaseoso y oxígeno a través de un catalizador metálico de transición. Este procedimiento es muy sensible a pequeñas cantidades de algunos contaminantes, tales como azufre y algunos compuestos orgánicos, que con el paso del tiempo pueden llevar a la desactivación del catalizador y/o colmatación de reactores que a su vez pueden llevar a la formación de subproductos no deseados.
35

Los disolventes usados de forma más común en la producción de isocianatos son clorobenceno y diclorobenceno (Véase G. Oertel, Polyurethane Handbook, página 66 (Carl Hanser Verlag, Munich (1985)). El aHCl recuperado a partir del procedimiento de fosgenación se satura con estos compuestos cloro-aromáticos. Un enfriamiento súbito intenso del aHCl gaseoso puede reducir el contenido cloro-aromático, pero no al nivel necesario. Otro factor de complicación es el elevado punto de fusión de diclorobenceno (o-isómero: -17,5 °C, p-isómero: +52,8 °C), que limita la utilidad de este enfoque. Los procedimientos de fosgenación a baja presión tales como los descritos en G. Oertel, Polyurethane Handbook, p. 66 (Carl Hanser Verlag, Munich (1985)), que proporcionan aHCl gaseoso a presión que varía desde presión atmosférica hasta por debajo de 5 bares, contendrán, incluso con enfriamiento súbito intenso, compuestos cloro-aromáticos en concentraciones desde varios cientos de ppm hasta 1000 ppm.
40

La presente invención tiene varios objetos: i) un procedimiento para la eliminación de uno o más contaminantes de cloruro de hidrógeno gaseoso, ii) un procedimiento para separar pequeñas cantidades de material con elevado punto de ebullición, por ejemplo, compuestos aromáticos (de cloro) de grandes volúmenes de HCl anhidro gaseoso; y iii) un procedimiento para reducir la concentración de contaminantes tales como compuestos aromáticos (de cloro) en HCl anhidro gaseoso hasta <100 ppm.
45

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra de forma esquemática un diagrama de flujo para la presente invención.

La Figura 2 ilustra de forma esquemática una segunda realización de la presente invención.

La Figura 3 ilustra de forma esquemática una realización preferida de la presente invención.

5 Descripción detallada de la invención

La presente invención está ampliamente dirigida a un procedimiento de enfriamiento y destilación para eliminar contaminantes que tienen puntos de ebullición superiores al cloruro de hidrógeno de un gas que contiene cloruro de hidrógeno que comprende:

- a) La compresión de dicho gas que contiene cloruro de hidrógeno.
- 10 b) El enfriamiento del gas comprimido resultante en un primer intercambiador de calor dando como resultado una primera corriente de condensado y una primera corriente de gas, en el que dicho gas comprimido se enfría a una temperatura suficientemente baja para condensar parcialmente dichos contaminantes y a una velocidad suficientemente baja de tal forma que se impide la formación de niebla.
- 15 c) La alimentación de dicha primera corriente de gas de dicho primer intercambiador de calor a una columna de destilación que tiene una parte superior y una parte inferior hasta un punto entre dicha parte superior y dicha parte inferior, para producir una transferencia de masa entre líquido y gas y de esa forma concentrar los contaminantes en la parte inferior de dicha columna y cloruro de hidrógeno gaseoso en la parte superior de dicha columna,
- 20 d) La alimentación de dicho cloruro de hidrógeno gaseoso desde dicha parte superior hasta un segundo intercambiador de calor con lo que el cloruro de hidrógeno gaseoso se condensa parcialmente para formar una segunda corriente de condensado y una segunda corriente de gas,
- e) La alimentación de dicha segunda corriente de condensado a dicha parte superior de dicha columna para proporcionar reflujo a dicha columna,
- f) La alimentación de dicha primera corriente de condensado a dicha columna de destilación por debajo del punto en el que se introduce dicha primera corriente de gas,
- 25 g) La alimentación de dicha segunda corriente de gas de la etapa d) a dicho primer intercambiador de calor en forma de medio de enfriamiento,
- h) La recuperación de cloruro de hidrógeno gaseoso purificado de dicho primer intercambiador de calor, y
- i) La alimentación de dichos contaminantes de la parte inferior de dicha columna hasta un recipiente de recogida.

En la etapa de compresión (etapa a)), el gas se comprime preferiblemente a una presión de 5 a 30 bares absolutos.

- 30 Los contaminantes contenidos en la corriente de gas son preferiblemente compuestos aromáticos clorados. En una realización preferida, la corriente de gas también contiene un contaminante con un intervalo de ebullición intermedio entre el punto de ebullición del cloruro de hidrógeno y el punto de ebullición del compuesto aromático clorado. El contaminante intermedio se elimina de la columna de destilación, subsiguientemente se despresuriza, y se descarta. En una realización especialmente preferida, el contaminante intermedio es fosgeno.

- 35 En la etapa de enfriamiento (etapa b)), el gas contaminado de entrada se enfría lentamente. La diferencia de temperatura entre la pared de enfriamiento del primer intercambiador de calor y la temperatura del gas de entrada es preferiblemente entre 0,5 °C y 40 °C, y más preferiblemente en el intervalo entre 5 °C y 25 °C. La temperatura del gas comprimido se reduce preferiblemente a una temperatura desde +10 °C hasta -25 °C en la etapa de enfriamiento (etapa b)).

- 40 En una realización de la invención, en la etapa f), la corriente de condensado (de la etapa b)) se introduce en un recipiente de separación (o recipientes) usados para atrapar sólidos. Si se usan múltiples recipientes, se puede usar un recipiente para recoger sólidos mientras que el condensado que rebosa del recipiente se introduce en la columna de destilación, a un punto por debajo del punto en el que se introduce la primera corriente de gas, mientras que el otro recipiente se despresuriza para permitir que los sólidos recogidos se purguen y retiren.

- 45 En otra realización preferida, la etapa e) comprende:

e1) la alimentación de dicha segunda corriente de condensado a uno o más recipientes de separación usados para atrapar cualquier sólido presente y para formar una corriente de sólidos y una tercera corriente de condensado,

e2) la alimentación de dicha tercera corriente de condensado a dicha parte superior de dicha columna para proporcionar reflujo a dicha columna.

Los sólidos recogidos en la corriente de sólidos se pueden purgar y retirar.

5 En otra realización preferida, la etapa i) comprende i1) la alimentación de líquido de la parte inferior de dicha columna a un evaporador para generar vapores de destilación para la parte inferior de la columna, y en la que el evaporador calienta dicho líquido a flujo de calor bajo de tal forma que se impide la acción espumante e i2) la eliminación de cualquier líquido restante del evaporador a un recipiente de recogida para su retirada. Preferiblemente, se evapora del 5 % al 95 % del líquido que alcanza el evaporador. Más preferiblemente, el diseño del evaporador evita la formación de espumas y tiene un flujo de calor desde 5674,5 kJ/(m²h) (500 BTU/h/pie²) a 226980 kJ/(m²h) (20000 BTU/ h/pie²) como límite inferior y desde 34047 kJ/(m²h) (3000 BTU/ h/pie²) a 340470 kJ/(m²h) (30000 BTU/ h/pie²) como límite superior. En incluso una realización más preferida, una parte del líquido retirado del evaporador comprende cloruro de hidrógeno y contaminantes y se pulveriza en la corriente de gas que se está alimentando al primer intercambiador de calor, más preferiblemente, en una cantidad desde el 1 % al 25 % en peso del peso de la corriente de gas de entrada.

15 La temperatura del gas que se está alimentando en la columna de destilación se reduce preferiblemente a una temperatura de 0 °C a -35 °C durante la etapa de destilación.

En otra realización preferida, el cloruro de hidrógeno gaseoso purificado del primer intercambiador de calor se purifica adicionalmente por medio del tratamiento con carbón vegetal activado.

En una segunda realización amplia, la invención comprende:

20 a) La compresión de dicho gas que contiene cloruro de hidrógeno.

b) El enfriamiento del gas comprimido resultante en un primer intercambiador de calor dando como resultado una primera corriente de condensado y una primera corriente de gas, en el que dicho gas comprimido se enfría a una temperatura suficientemente baja para condensar parcialmente dichos contaminantes y a una velocidad suficientemente baja de tal forma que se impide la formación de niebla.

25 c) La alimentación de dicha primera corriente de gas de dicho primer intercambiador de calor a una columna de destilación que tiene una parte superior y una parte inferior hasta un punto entre dicha parte superior y dicha parte inferior, para producir una transferencia de masa entre líquido y gas y de esa forma concentrar los contaminantes en la parte inferior de dicha columna y cloruro de hidrógeno gaseoso en la parte superior de dicha columna,

30 d) La alimentación de dicho cloruro de hidrógeno gaseoso desde dicha parte superior hasta un lado de un tercer intercambiador de calor y la alimentación de dichos contaminantes desde la parte inferior de dicha columna hasta el otro lado de dicho tercer intercambiador de calor para vaporizar rápidamente contra y enfriar el cloruro de hidrógeno gaseoso que pasa a través de dicho tercer intercambiador de calor, por el que se forman las siguientes corrientes:

1. una segunda corriente de gas que contiene contaminantes,

2. una corriente de contaminantes,

35 3. una tercera corriente de gas enfriado, y

4. una segunda corriente de condensado,

e) La alimentación de dicha tercera corriente de gas a un segundo intercambiador de calor por el que el cloruro de hidrógeno gaseoso está parcialmente condensado para formar una tercera corriente de condensado y una cuarta corriente de gas,

40 f) La combinación de dicha segunda corriente de condensación y dicha tercera corriente de condensación y la alimentación de la corriente combinada resultante a dicha parte superior de dicha columna para proporcionar reflujo a dicha columna,

g) La alimentación de dicha primera corriente de condensado a dicha columna de destilación por debajo del punto en el que se introduce dicha primera corriente de gas,

45 h) La alimentación de dicha cuarta corriente de gas de la etapa d) a dicho primer intercambiador de calor en forma de medio de enfriamiento, y

i) La recuperación de cloruro de hidrógeno gaseoso purificado a partir de dicho primer intercambiador de calor.

Además, cualquiera de los diversos parámetros y realizaciones preferidos descritos anteriormente se pueden usar con esta segunda realización amplia. Por ejemplo, en la etapa g), la corriente de condensado (de la etapa b)) se puede alimentar a un recipiente de separación (o recipientes) usados para atrapar sólidos. Si se usan múltiples recipientes, se puede usar un recipiente para recoger sólidos mientras que el condensado que rebosa del recipiente se introduce en la columna de destilación, a un punto por debajo del punto en el que se introduce la primera corriente de gas, mientras que el otro recipiente se despresuriza para permitir que los sólidos recogidos se purguen y retiren. De forma adicional, la etapa f) puede comprender:

f1) la combinación de dicha segunda corriente de condensación y dicha tercera corriente de condensación,

f2) la alimentación de la corriente de condensado combinada a uno o más recipientes de separación usados para atrapar cualquier sólido presente y para formar una corriente de sólidos y una cuarta corriente de condensado, y

f3) la alimentación de dicha cuarta corriente de condensado a dicha parte superior de dicha columna para proporcionar reflujo a dicha columna.

Los sólidos recogidos en la corriente de sólidos se pueden purgar y retirar. De forma similar, la columna se puede dotar de un evaporador, alimentándose el líquido del evaporador a la caldera de vaporización rápida. Una parte del líquido retirado del evaporador que contiene cloruro de hidrógeno y contaminantes se puede pulverizar en la corriente de gas que se está alimentando al primer intercambiador de calor.

De acuerdo con la presente invención, se evita la formación de niebla (o aerosol) controlando la velocidad de enfriamiento del gas de entrada, y por medio del uso de un pulverizador de condensado para fomentar un enfriamiento más homogéneo.

La presente invención proporciona un procedimiento mejorado para purificar una corriente de cloruro de hidrógeno contaminado usando un procedimiento de enfriamiento y destilación modificado. Se pueden retirar pequeñas cantidades de contaminantes con elevado punto de ebullición, por ejemplo hidrocarburos aromáticos clorados, hasta una concentración de 10 ppm en el gas purificado. En particular, este procedimiento funciona bien para purificar corrientes de subproductos creadas por medio de procedimientos de producción de isocianato, que coproducen con el isocianato, grandes volúmenes de cloruro de hidrógeno anhidro gaseoso con contaminantes que incluyen monoclorobenceno y diclorobencenos (orto, meta y para isómeros).

Ahora se describirá adicionalmente el procedimiento de la invención con referencia a los dibujos. Las cifras y letras de los dibujos se refieren a los mismos dispositivos y corrientes.

Como se muestra en la Figura 1, el cloruro de hidrógeno gaseoso contaminado (mostrado como corriente A) entra en el compresor 1, sale del compresor y entra en el primer intercambiador de calor 2. Después de pasar a través del primer intercambiador de calor, el gas comprimido se enfría a una temperatura suficientemente baja para condensar parcialmente los contaminantes y a una velocidad suficientemente baja de tal forma que se impide la formación de niebla. Dos corrientes fluyen del primer intercambiador de calor, una primera corriente de condensado C y una primera corriente de gas B. La primera corriente de gas B se introduce en una columna de destilación 3 en un punto entre la parte superior e inferior de la columna. En la columna de destilación, se produce la transferencia de masa entre líquido y gas, concentrándose los contaminantes en la parte inferior de la columna, y concentrándose el cloruro de hidrógeno gaseoso en la parte superior de la columna. El cloruro de hidrógeno gaseoso se introduce (corriente D) desde la parte superior de la columna hasta un segundo intercambiador de calor 4 (al que se proporciona un enfriador apropiado a través de la corriente mostrada en la figura con flechas que entra por un lado del intercambiador y sale por el otro lado) en el que el gas está parcialmente condensado para formar una segunda corriente de condensado E y una segunda corriente de gas F. La segunda corriente de condensado E se vuelve a alimentar a la parte superior de la columna para proporcionar reflujo a la columna. La primera corriente de condensado C se introduce en la columna en un punto por debajo de la alimentación de la primera corriente de gas B. La segunda corriente de gas F se vuelve a alimentar al primer intercambiador de calor en forma de medio de enfriamiento. El cloruro de hidrógeno gaseoso purificado se recupera a través de la corriente G desde el primer intercambiador de calor y la parte inferior líquida de la columna (que contiene contaminantes concentrados) se introduce a través de la corriente H en un recipiente de recogida (no se muestra) para su retirada subsiguiente.

La configuración de la Figura 2 es similar a la de la Figura 1 con varias mejoras añadidas mostradas. La Figura 2 ilustra el procedimiento como si se usaran todas las mejoras. Por supuesto, el artista reconocerá que no se deben usar todas las mejoras. Como se muestra, la corriente de gas de entrada A entra en el compresor 1, sale del compresor y entra en el primer intercambiador de calor 2. Después de pasar a través del primer intercambiador de calor, el gas comprimido se enfría a una temperatura suficientemente baja para condensar parcialmente los contaminantes y a una velocidad suficientemente baja de tal forma que se impide la formación de niebla. Dos corrientes fluyen del primer intercambiador de calor, una primera corriente de condensado C y una primera corriente de gas B. La primera corriente de gas B se introduce en una columna de destilación 3 en un punto entre la parte superior e inferior de la columna. En

la columna de destilación, se produce la transferencia de masa entre líquido y gas, concentrándose los contaminantes en la parte inferior de la columna, y concentrándose el cloruro de hidrógeno gaseoso en la parte inferior de la columna. El condensado del primer intercambiador de calor fluye (corriente C') en un recipiente de atrapamiento de sólidos 5. Si se usa más de un recipiente, se podrán usar de forma intercambiable. En el recipiente de separación resultan dos corrientes, una corriente de sólidos C'' que se puede recoger y purgar para retirarlos y una tercera corriente de condensado C. La tercera corriente de condensado C (sin sólidos) se introduce en forma de alimentación líquida en la columna de destilación en un punto por debajo del punto por el que se introduce la primera corriente de gas.

El cloruro de hidrógeno gaseoso concentrado de la parte superior de la columna se introduce a través de la corriente D en un tercer intercambiador de calor 9. La corriente H de la parte inferior de la columna de destilación se puede dividir en dos corrientes, H' y H'', que contienen cantidades concentradas de los contaminantes. La corriente H'' se puede bombear a través de la bomba 10 de vuelta a la entrada del HCl gaseoso, entrando en el tercer intercambiador de calor. La corriente H' se puede evaporar rápidamente contra el cloruro de hidrógeno gaseoso concentrado entrando en el tercer intercambiador de calor. Esta etapa puede dar como resultado varias corrientes: i) una corriente de gas J que contiene cloruro de hidrógeno (a una presión inferior) y, en el caso de un gas de partida de un mecanismo de producción de isocianato, fosgeno (esta corriente se puede recoger y usar otra vez en otro procedimiento apropiado), ii) una corriente J' que contiene principalmente contaminantes orgánicos (que se recogen y se disponen después), iii) una corriente de gas D' que se introduce en el segundo intercambiador de calor 4 y iv) una corriente de condensado E''. La corriente E'' se puede combinar con la segunda corriente de condensado E y se introduce en la parte superior de la columna 3 para proporcionar reflujo a la columna. De forma alternativa, la corriente E'' se puede combinar con la segunda corriente de condensado E y alimentarse a un recipiente de recogida 6 en el que se recoge y se descartan los sólidos a través de la corriente E''' con el condensado rebosado del recipiente de recogida que se está alimentando a través de la corriente E' de vuelta a la parte superior de la columna 3 para proporcionar reflujo a la columna. La segunda corriente de gas F se vuelve a alimentar al primer intercambiador de calor en forma de medio de enfriamiento.

La Figura 2 también muestra una corriente de salida lateral I de la columna de destilación para eliminar los contaminantes de ebullición intermedios. Esta corriente se puede alimentar a un lecho de carbón vegetal activado para eliminar los compuestos orgánicos, dando como resultado la corriente I' que se retira.

La Figura 2 también muestra una corriente de gas purificado G que se introduce en un lecho de carbón vegetal activado 7, dando como resultado una corriente G' de cloruro de hidrógeno gaseoso purificado.

La realización mostrada en la Figura 3 es idéntica a la que se muestra en la Figura 2, salvo que el líquido de la parte inferior de la columna de destilación se introduce a través de la corriente H en un evaporador 11 (que se proporciona con un enfriador apropiado a través de la corriente que se muestra en la figura con flechas que entra por un lado del intercambiador y sale por el otro lado) para generar vapores de destilación que se alimentan a través de la corriente K a la parte inferior de la columna. El evaporador calienta el líquido de la parte inferior a un flujo de calor bajo para impedir la acción espumante. La corriente de condensado H''' del evaporador se puede o bien recoger y descartar o bien se puede enviar al tercer intercambiador de calor (corriente H') o de vuelta a la entrada del primer intercambiador de calor (corriente H'').

El compresor A puede ser de cualquier tipo de equipo capaz de aumentar la presión desde aproximadamente 5 a 30 bares absolutos y preferiblemente por encima de 12 bares absolutos. Los compresores preferidos incluyen compresores de pistón, compresores de tornillo, opcionalmente con inyección de aceite, y compresores centrifugadores. La presión final del gas se debe ajustar de tal forma que supere la caída de presión de todo el sistema.

Una vez comprimido, el gas entra en el primer intercambiador de calor y en ese momento, el pulverizador de condensado gaseoso se mezcla con el gas de entrada en la cantidad del 5 % a 25 % en peso de la cantidad total del gas de entrada. Parte de la condensación de este primer intercambiador de calor puede fluir en el recipiente de recogida de sólidos para coger sólidos. El condensado líquido de este recipiente rebosa y se introduce en la columna de destilación.

Los intercambiadores de calor usados en la presente invención pueden ser de cualquier tipo. Se prefieren los intercambiadores de calor de tubo y de carcasa.

La descarga gaseosa de HCl de unidades de isocianato que contienen monoclorobenceno, dicloro-benceno, e impurezas de metanos clorados se usan preferiblemente en forma del gas inicial. El gas se comprime a una presión de 8 a 20 bares, preferiblemente 12 bares. El gas comprimido resultante se introduce en el primer intercambiador de calor para enfriar entre 5 °C y -20 °C, preferiblemente -10 °C, para condensar parcialmente impurezas. Las impurezas condensadas preferiblemente pasan en primer lugar a través de un recipiente de recogida de sólidos para eliminar cualquier sólido y después llevar a la columna de destilación en forma de alimentación líquida. La corriente de gas del primer intercambiador de calor se introduce en la columna de destilación en forma de

5 alimentación gaseosa. Los vapores superiores de la columna de destilación pasan a través de un segundo intercambiador de calor y se enfrían entre $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (preferiblemente $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$) para condensar parcialmente entre el 0,01 % y el 25 %, preferiblemente entre el 2 % y el 5 %, de la concentración de vapor de entrada para proporcionar reflujo líquido para la columna de destilación. El HCl gaseoso purificado del segundo intercambiador de calor se vuelve a bombear a la corriente de gas de entrada para inyectarse en forma de un pulverizador para fomentar la condensación en el gas de entrada y para evitar la formación de un aerosol o niebla. El gas parcialmente purificado tiene ahora una concentración de 0,1 a 100, y preferiblemente de 1 a 10 ppm de impurezas orgánicas.

10 El HCl gaseoso parcialmente purificado se puede introducir después en una columna de adsorción de carbón vegetal activado para la purificación final para alcanzar un nivel de impurezas orgánicas final desde 10 a 1000 ppm, preferiblemente de 50 a 100 ppm.

15 La corriente de la parte inferior de la columna de destilación contiene la mayor parte de las impurezas y se deja vaporizar rápidamente a una presión inferior de entre 1 bar y 10 bares, preferiblemente 1,05 bares en donde gran parte del HCl restante se vaporiza rápidamente y se deja en una etapa de adsorción o a residuos. El residuo restante, que contiene la mayor parte de las impurezas, se deja incinerar o en otro tratamiento de residuos. El efecto de enfriamiento de la ráfaga de corriente de la parte inferior puede ayudar a enfriar los vapores que salen de la parte superior de la columna.

20 Si se desea, se proporciona un evaporador (preferiblemente que funcione entre $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $+8\text{ }^{\circ}\text{C}$) para devolver la mayor parte del HCl condensado en forma de vapor de vuelta a la columna en forma de gas de destilación. El diseño del evaporador preferiblemente usa un flujo de calor de entre $11349\text{ kJ}/(\text{m}^2\text{h})$ ($1000\text{ BTU}/\text{h}/\text{pie}^2$) y $136190\text{ kJ}/(\text{m}^2\text{h})$ ($12000\text{ BTU}/\text{h}/\text{pie}^2$) y preferiblemente entre $28372\text{ kJ}/(\text{m}^2\text{h})$ ($2500\text{ BTU}/\text{h}/\text{pie}^2$) y $45396\text{ kJ}/(\text{m}^2\text{h})$ ($4000\text{ BTU}/\text{h}/\text{pie}^2$).

REIVINDICACIONES

- 1.- Un procedimiento de enfriamiento y destilación para eliminar contaminantes que tienen puntos de ebullición superiores al cloruro de hidrógeno a partir de un gas que contiene cloruro de hidrógeno, que comprende:
- a) La compresión de dicho gas que contiene cloruro de hidrógeno.
- 5 b) El enfriamiento del gas comprimido resultante en un primer intercambiador de calor dando como resultado una primera corriente de condensado y una primera corriente de gas, en el que dicho gas comprimido se enfría a una temperatura suficientemente baja para condensar parcialmente dichos contaminantes y a una velocidad suficientemente baja de tal forma que se impide la formación de niebla.
- 10 c) La alimentación de dicha primera corriente de gas de dicho primer intercambiador de calor a una columna de destilación que tiene una parte superior y una parte inferior a un punto entre dicha parte superior y dicha parte inferior, para producir una transferencia de masa entre líquido y gas y de esa forma concentrar los contaminantes en la parte inferior de dicha columna y cloruro de hidrógeno gaseoso en la parte superior de dicha columna,
- 15 d) La alimentación de dicho cloruro de hidrógeno gaseoso de dicha parte superior a un segundo intercambiador de calor con lo que el cloruro de hidrógeno gaseoso se condensa parcialmente para formar una segunda corriente de condensado y una segunda corriente de gas,
- e) La alimentación de dicha segunda corriente de condensado a dicha parte superior de dicha columna para proporcionar reflujo a dicha columna,
- f) La alimentación de dicha primera corriente de condensado a dicha columna de destilación por debajo del punto en el que se introduce dicha primera corriente de gas,
- 20 g) La alimentación de dicha segunda corriente de gas de la etapa d) a dicho primer intercambiador de calor en forma de medio de enfriamiento,
- h) La recuperación de cloruro de hidrógeno gaseoso purificado de dicho primer intercambiador de calor, y
- i) La alimentación de dichos contaminantes de la parte inferior de dicha columna a un recipiente de recogida.
- 25 2. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que los contaminantes contenidos en la corriente de gas son compuestos aromáticos clorados.
3. El procedimiento de la Reivindicación 2, en el que la corriente de gas también contiene un contaminante con un intervalo de ebullición intermedio entre el punto de ebullición del cloruro de hidrógeno y el punto de ebullición del compuesto aromático clorado.
- 30 4. El procedimiento de la Reivindicación 3, en el que dicho producto intermedio es fosgeno y dicho producto intermedio se elimina de dicha columna de destilación.
5. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que la temperatura del gas comprimido se reduce a una temperatura desde +10 °C a -25 °C en dicho primer intercambiador.
6. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que en la etapa a), el gas se comprime a una presión de 5 a 30 bares absolutos.
- 35 7. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que la etapa f) comprende
- f1) la alimentación de dicho primer condensado a un recipiente (o recipientes) de separación para atrapar sólidos y en el que se forman una corriente de sólidos y una corriente de condensado rebosado,
- f2) la alimentación de dicha corriente de condensado rebosado a dicha columna de destilación en un punto por debajo del punto en el que se introduce la primera corriente de gas.
- 40 8. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que la etapa e) comprende:
- e1) la alimentación de dicha segunda corriente de condensado a uno o más recipientes de separación usados para atrapar cualquier sólido presente y para formar una corriente de sólidos y una tercera corriente de condensado,
- e2) la alimentación de dicha tercera corriente de condensado a dicha parte superior de dicha columna para proporcionar reflujo a dicha columna.
- 45 9. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que la etapa i) comprende

- i1) la alimentación de líquido de la parte inferior de dicha columna a un evaporador para generar vapores de destilación para la parte inferior de la columna, y en la que el evaporador calienta dicho líquido a flujo de calor bajo de tal forma que se impide la acción espumante e
- i2) la eliminación de cualquier líquido restante del evaporador a un recipiente de recogida para su retirada.
- 5 10. El procedimiento de la Reivindicación 9, en el que el evaporador está diseñado para impedir la formación de espuma y tiene un flujo de calor desde 5674,5 kJ/(m²h) (500 BTU/h/ft²) a 226980 kJ/(m²h) (2000 BTU/h/ft²) como límite inferior y desde 34047 kJ/(m²h) (3000 BTU/h/ft²) a 340470 kJ/(m²h) (30000 BTU/h/ft²) como límite superior.
- 10 11) El procedimiento de la Reivindicación 9, en el que una parte del líquido eliminado del evaporador comprende cloruro de hidrógeno y contaminantes y se pulveriza en la corriente de gas que se introduce en el primer intercambiador de calor.
- 12) El procedimiento de la Reivindicación 9, en el que del 5 % al 95 % en peso del líquido introducido en dicho evaporador se evapora.
- 15 13. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que el cloruro de hidrógeno gaseoso purificado del primer intercambiador de calor se purifica adicionalmente por medio del tratamiento con carbón vegetal activado.
14. Un procedimiento de enfriamiento y destilación para eliminar contaminantes que tienen puntos de ebullición superiores al cloruro de hidrógeno de un gas que contiene cloruro de hidrógeno, que comprende:
- a) La compresión de dicho gas que contiene cloruro de hidrógeno.
- b) El enfriamiento del gas comprimido resultante en un primer intercambiador de calor dando como resultado una primera corriente de condensado y una primera corriente de gas, en el que dicho gas comprimido se enfría a una temperatura suficientemente baja para condensar parcialmente dichos contaminantes y a una velocidad suficientemente baja de tal forma que se impide la formación de niebla.
- 20 c) La alimentación de dicha primera corriente de gas de dicho primer intercambiador de calor a una columna de destilación que tiene una parte superior y una parte inferior hasta un punto entre dicha parte superior y dicha parte inferior, para producir una transferencia de masa entre líquido y gas y de esa forma concentrar los contaminantes en la parte inferior de dicha columna y cloruro de hidrógeno gaseoso en la parte superior de dicha columna,
- 25 d) La alimentación de dicho cloruro de hidrógeno gaseoso desde dicha parte superior hasta un lado de una caldera de vaporización rápida de un tercer intercambiador de calor y la alimentación de dichos contaminantes desde la parte inferior de dicha columna hasta el otro lado de dicho tercer intercambiador de calor para vaporizar rápidamente contra, y enfriar, el cloruro de hidrógeno gaseoso que pasa a través de dicho tercer intercambiador de calor, por lo que se forman las siguientes corrientes:
- 30 1. una segunda corriente de gas que contiene contaminantes,
2. una corriente de contaminantes,
3. una tercera corriente de gas enfriado, y
- 35 4. una segunda corriente de condensado,
- e) La alimentación de dicha tercera corriente de gas a un segundo intercambiador de calor con lo que el cloruro de hidrógeno gaseoso se condensa parcialmente para formar una tercera corriente de condensado y una cuarta corriente de gas,
- 40 f) La combinación de dicha segunda corriente de condensación y dicha tercera corriente de condensación y la alimentación de la corriente combinada resultante a dicha parte superior de dicha columna para proporcionar reflujo a dicha columna,
- g) La alimentación de dicha primera corriente de condensado a dicha columna de destilación por debajo del punto en el que se introduce dicha primera corriente de gas,
- 45 h) La alimentación de dicha cuarta corriente de gas de la etapa d) a dicho primer intercambiador de calor en forma de medio de enfriamiento, y
- i) La recuperación de cloruro de hidrógeno gaseoso purificado a partir de dicho primer intercambiador de calor.

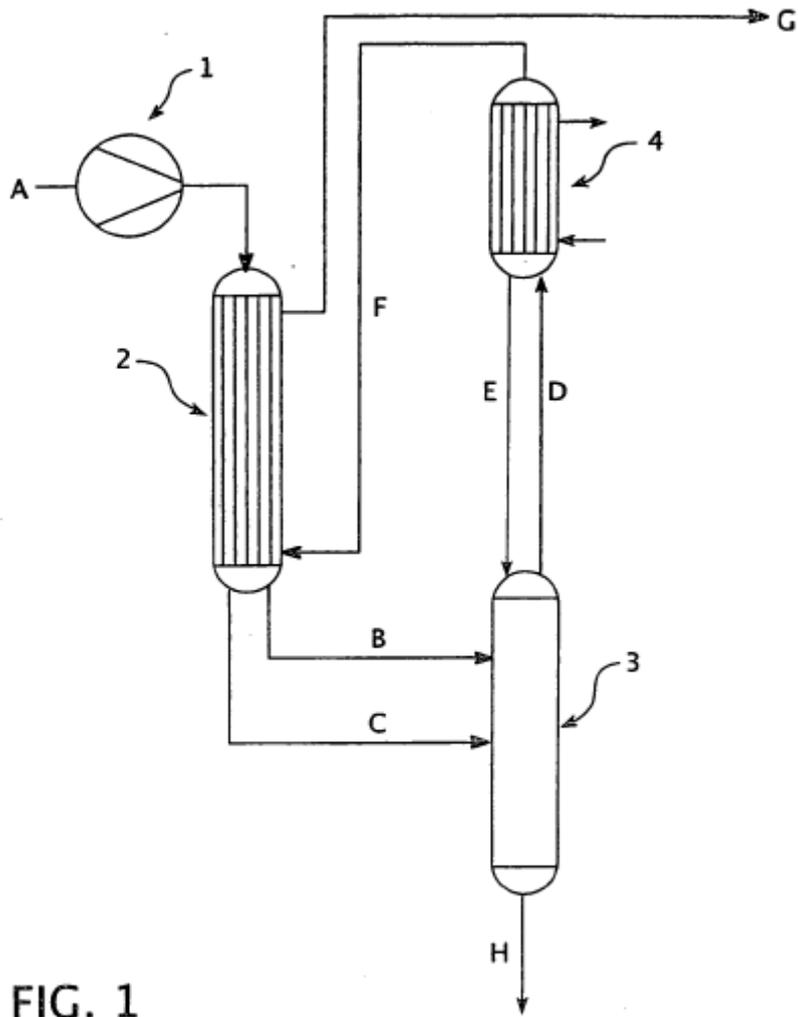


FIG. 1

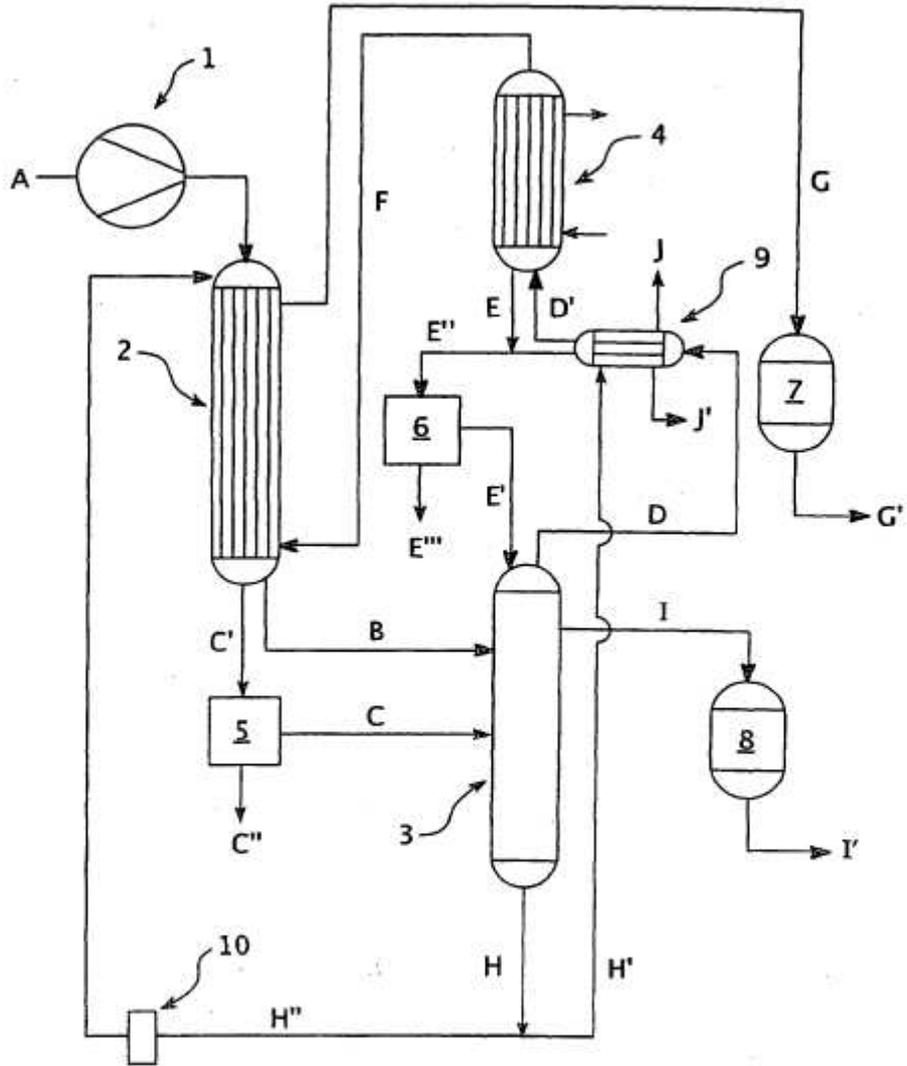


FIG. 2

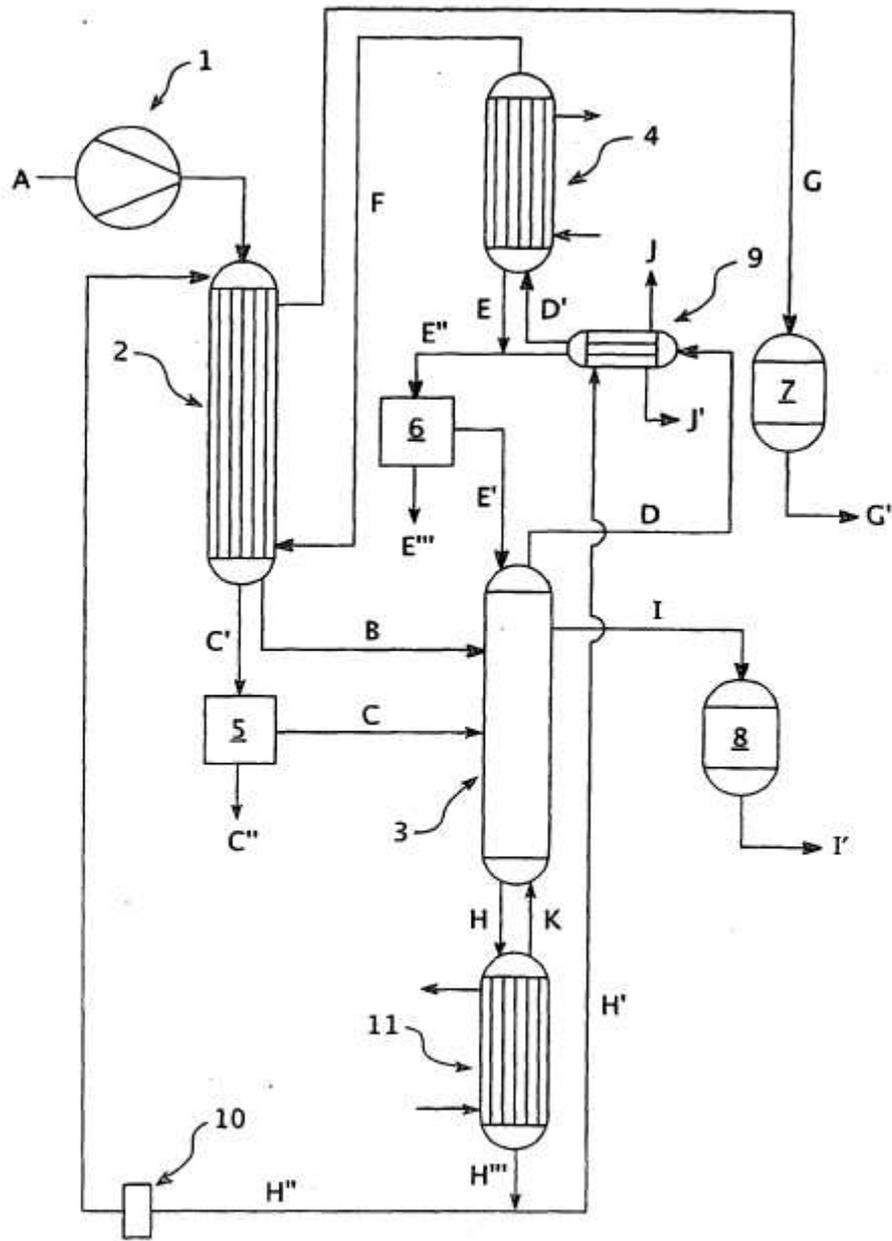


FIG. 3