

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 376 153**

51 Int. Cl.:

C01B 7/04 (2006.01)

C01B 7/07 (2006.01)

C01B 7/075 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08735314 .0**

96 Fecha de presentación: **14.04.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2142469**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.01.2010**

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE CLORO A PARTIR DE HCl.**

30 Prioridad:
26.04.2007 DE 102007020148

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
09.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
09.03.2012

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

72 Inventor/es:
**BRETTSCHNEIDER, Ole;
WERNER, Knud;
WANG, Jun;
WELZ, Carsten;
CONRAD, Annette y
KLATT, Karsten-Ulrich**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 376 153 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 para la producción de cloro a partir de HCl

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de cloro mediante una oxidación en fase gas catalizada de ácido clorhídrico con una corriente de gas que contiene oxígeno.

5 El procedimiento desarrollado por Deacon en 1868 de oxidación de cloruro de hidrógeno catalítico con oxígeno en una reacción de equilibrio exotérmica se estableció al comienzo de la química industrial del cloro. Con la electrólisis cloroalcalina el procedimiento Deacon experimentó un fuerte retroceso. Aproximadamente toda la producción de cloro se llevó a cabo mediante electrólisis de soluciones de sal común acuosas. El atractivo del procedimiento Deacon fue en aumento de nuevo sin embargo en tiempos recientes ya que la necesidad de cloro en todo el mundo
10 crece más fuertemente que la demanda de hidróxido de sodio, un producto secundario de la electrólisis. Este desarrollo propone el procedimiento para la producción de cloro mediante oxidación de cloruro de hidrógeno, que está implicado a la producción de sosa cáustica. Adicionalmente se puede obtener el pre-producto cloruro de hidrógeno de forma sencilla; se obtiene en grandes cantidades por ejemplo en reacciones de fosgenación, por ejemplo, en la producción de isocianato, como producto secundario.

15 El documento WO 2006/089877 A da a conocer un procedimiento para la producción de cloro a partir de cloruro de hidrógeno, en el que se introducen una corriente que contiene cloruro de hidrógeno purificada, una corriente que contiene oxígeno nueva y una corriente que contiene oxígeno reconducida a una zona de oxidación, en la que tiene lugar la oxidación catalítica de cloruro de hidrógeno dando cloro, y en la que se obtiene una corriente de producto que contiene cloro, agua, oxígeno, dióxido de carbono y dado el caso gases inertes. Tras la separación de agua y
20 cloruro de hidrógeno como ácido clorhídrico, secado, compresión y licuefacción parcial se obtienen una corriente de líquido que contiene cloro y una corriente de gas. Al menos una parte de la corriente de gas se alimenta a una unidad de separación por membrana para la formación de una corriente que contiene principalmente oxígeno, y la corriente que contiene oxígeno no reaccionado se devuelve a la zona de oxidación. El documento no contempla el uso de equipos de medida, ni de dispositivos de regulación o de unidades de control. El documento WO 2006/089877 A tampoco hace referencia al aseguramiento de la planta o al seguimiento de los requerimientos de la operativa de la planta.

Los documentos DE 195 35 716 A1, WO 2005/014470 A, WO 2004/037718 A y EP 0 518 553 A se refieren también al procedimiento para la producción de cloro a partir de cloruro de hidrógeno. Sin embargo estos documentos no describen equipos de medida, dispositivos de regulación o unidades de control; tampoco dan estos documentos al
30 especialista en la técnica indicación alguna de una estrategia de control detallada.

Es objetivo de la invención proporcionar una optimización de los desarrollos de proceso en el procedimiento Deacon.

El procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de cloro a partir de HCl se compone de las siguientes etapas de proceso:

- a) compresión de la alimentación de gas HCl (corriente 1) en una etapa de compresión a una presión elevada;
- 35 b) purificación del gas de alimentación de HCl comprimido (corriente 2) en una etapa de purificación de gas HCl;
- c) combinación de una corriente de retorno que contiene oxígeno (corriente 16) con la corriente de gas HCl purificada (corriente 3) dando una corriente de material de partida 4;
- d) introducción de la corriente de material de partida reunida (corriente 4) en la zona de oxidación, en la que se hacen reaccionar HCl y oxígeno por una parte dando cloro y agua, y se obtiene una corriente de producto 5, que
40 contiene cloro, oxígeno, HCl y agua;
- e) introducción de la corriente de producto 5 en una etapa de proceso 33 para la separación de HCl y agua en forma de ácido clorhídrico acuoso (corriente 6) de la corriente de producto;
- f) introducción de la corriente de producto 7 liberada al menos parcialmente del HCl y agua a una etapa de proceso para el secado adicional con reducción de la porción de agua en la corriente de gas;
- 45 g) introducción de la corriente de gas 8 seca obtenida de la etapa de secado en una etapa de compresión de cloro para el aumento de la presión de la corriente de gas 8 con formación de una corriente de gas 9 comprimida;
- h) introducción de la corriente de gas 9 comprimida en una etapa para la separación al menos parcial del cloro contenido en el gas 9 (corriente 10) con formación de una corriente de gas 11, que contiene oxígeno no reaccionado;
- 50 i) purga de una corriente parcial 12 de la corriente de gas 11;
- j) introducción de la corriente de gas 12 purgada en una etapa de tratamiento de gas residual;

k) combinación del gas que queda tras purgar una corriente parcial de la corriente de gas 11 con una corriente que contiene oxígeno fresco dando una corriente 16;

l) retorno de la corriente 16 a la etapa de proceso c).

El procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza porque

5 A) se proveen dispositivos de regulación del caudal ajustables en los conductos para la corriente de cloruro de hidrógeno purificada, la corriente de gas que queda tras la separación de cloro, la corriente parcial de gas que se introduce en la etapa de tratamiento de gas residual y la corriente que contiene oxígeno fresco,

10 B) se proveen equipos de medida de presión después o en la etapa de proceso para la purificación de la corriente de cloruro de hidrógeno, en la separación de cloro así como en el conducto de la corriente que queda tras la separación de cloro después del dispositivo de regulación del caudal que se provee en esta corriente,

C) se proveen equipos de medida de caudal en los conductos para la corriente de cloruro de hidrógeno purificado, la corriente de gas que queda tras la separación de cloro tras purga de una corriente parcial para el tratamiento de gas residual y la corriente que contiene oxígeno fresco,

15 D) se provee un equipo para la medida de la concentración de oxígeno en la corriente de gas que queda tras la separación de cloro tras la purga de una corriente parcial para el tratamiento de gas residual,

E) se proveen ambas etapas de compresión, es decir, la compresión de cloruro de hidrógeno y la compresión de cloro ajustables en su rendimiento,

y para el aseguramiento de un funcionamiento de los equipos ventajoso.

20 F) mediante una primera unidad de control la corriente de cloruro de hidrógeno purificada se mantiene a un caudal constante en esta corriente mediante regulación del dispositivo de regulación del flujo,

G) mediante una segunda unidad de control la presión medida en o después de la etapa de proceso para la purificación de la corriente de cloruro de hidrógeno comprimida se mantiene a un valor constante mediante regulación de la compresión de cloruro de hidrógeno,

25 H) mediante una tercera unidad de control la corriente que contiene oxígeno fresco se mantiene mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal en la corriente que contiene oxígeno fresco a una relación de caudal constante respecto a la corriente de cloruro de hidrógeno purificada,

30 I) mediante una cuarta unidad de control la relación de caudal citada anteriormente entre la corriente de cloruro de hidrógeno purificada y la corriente que contiene oxígeno se regula de modo que se mantiene constante el contenido en oxígeno, que se mide en la corriente de gas que queda tras la separación de cloro tras purga de una corriente parcial para el tratamiento de gas residual,

J) mediante una quinta unidad de control la presión medida en la corriente de gas que queda tras la separación de cloro después del dispositivo de regulación del caudal provista en esta corriente se mantiene a un valor constante mediante la regulación del dispositivo de regulación del caudal para la corriente parcial introducida en el tratamiento de gas residual,

35 K) mediante un sexto dispositivo de control la corriente de gas que queda tras la separación del cloro después de la purga de una corriente parcial para el tratamiento de gas residual se mantiene a un valor constante mediante regulación de la etapa de compresión de cloro, y

40 L) mediante un séptimo dispositivo de control la presión medida en la separación de cloro se mantiene a un valor constante mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal en la corriente de gas que queda tras la separación de cloro.

El proceso de acuerdo con la invención se trata de un proceso en circuito que representa requerimientos elevados en la forma de proceder.

45 Una realización preferida del procedimiento se caracteriza porque la corriente de gas (11) o el gas que queda tras la purga de una corriente parcial (12) de la corriente de gas (11) se conduce a una etapa de proceso (39) para el lavado de gases.

50 De este modo se debe regular la corriente en la zona de oxidación 32 para poder controlar el desarrollo de puntos calientes en las reacciones. Esto se consigue del modo más sencillo manteniendo constantes las dos corrientes 3 y 16. Pero debido a que la corriente que contiene oxígeno 16 se lleva a cabo a partir del proceso, se genera un reacoplamiento que puede conducir a oscilaciones indeseadas en el circuito por el formado. Por tanto se debe aplicar aquí un tipo de regulación que se sales de las estrategias de regulación habituales.

Adicionalmente se deben separar componentes secundarios no deseados del retorno, ya que en caso contrario se acumularían en el proceso. Debido a que los componentes secundarios no se obtienen en cantidades constantes, esto conduce a una variación adicional en la corriente de retorno 16, que requiere igualmente una regulación.

5 También la presión en el proceso es una magnitud clave. Así, por ejemplo, con cambios de presión oscila la densidad de las corrientes de gas de modo que las velocidades de corriente se pueden alargar en zonas no deseadas para la operativa del procedimiento. Debido a que también la conversión de reacción depende de la presión, con cambios de presión variarían la conversión y con ello las composiciones de las corrientes. El procedimiento se tiene que regular de modo que la presión sea lo más constante posible. En la zona de la etapa de separación de cloro h) se debe aumentar la presión aún adicionalmente para posibilitar una separación del cloro
10 mediante condensación. Para evitar aquí oscilaciones que provocasen directamente la condensación se deben mantener esta presión elevada igualmente lo más constante posible.

Aquí han mostrado las investigaciones correspondientes que se consigue una operativa más ventajosa si se proveen dispositivos de regulación del caudal ajustables en las corrientes 3, 11, 12 y 15. Al mismo tiempo se tienen que proveer equipos de medida de la presión correspondientes en la etapa de separación de cloro 36 así como en la
15 corriente 11 (después del dispositivo de regulación del caudal previsto en la corriente 11) así como después o en la purificación de gas HCl b). Además se proveen equipos de medida del caudal en las corrientes 3, 13 y 15 así como un equipo para la medida de la concentración de oxígeno en la corriente 13 (como se representa en la figura 1) o en las corrientes 11, 12, 14 o bien 16 (no representada en la figura 1). Adicionalmente se tienen que proveer regulables las dos etapas de compresión (compresión de HCl y compresión de cloro) en su rendimiento.

20 Una operativa ventajosa del procedimiento se consigue ahora de modo que se mantiene en un valor constante una primera unidad de control del caudal de HCl medido en la corriente 3 mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal en la corriente 3.

Con ayuda de una segunda unidad de control se mantiene en un valor constante la presión medida en o después de la purificación del gas HCl mediante regulación del compresor de HCl.

25 Con ayuda de una tercera unidad de control se mantiene el caudal medido en la corriente 15 con regulación del dispositivo de regulación del caudal en la corriente 15 a una relación constante respecto al caudal medido en la corriente 3.

30 Con ayuda de una cuarta unidad de control se regula la relación anteriormente citada entre la corriente de HCl 3 y la corriente que contiene oxígeno 16 de modo que se mantenga constante el contenido en oxígeno medido en la corriente 13 (o también en la corriente 11, 12, 14 o 16).

Con ayuda de una quinta unidad de control se mantiene en un valor constante la presión medida en la corriente 11 después del dispositivo de regulación del caudal previsto en 11 mediante la regulación del dispositivo de regulación del caudal previsto en la corriente 12.

35 Con ayuda de un sexto dispositivo de control se mantiene en un valor constante el caudal medido en la corriente 13 mediante regulación del compresor de cloro.

Con ayuda de un séptimo dispositivo de control se mantiene en un valor constante la presión medida en la separación de cloro mediante regulación del dispositivo de regulación de caudal provisto en la corriente 11.

Una forma de realización especial del procedimiento de acuerdo con la invención se representa en la figura 2 y presenta las siguientes etapas de proceso:

40 1. Compresión de la alimentación de gas HCl (corriente 1) en una etapa de compresión de HCl a una presión elevada;

2. Purificación del gas de alimentación de HCl comprimido (corriente 2) en una etapa de purificación de gas HCl;

3. Combinación de una corriente de retorno que contiene oxígeno (corriente 16) con la corriente de gas de alimentación de HCl purificada (corriente 3) dando una corriente de material de partida 4;

45 4. Introducción de la corriente de material de partida purificado (corriente 4) en la zona de oxidación, en la que se hacen reaccionar HCl y oxígeno por una parte dando cloro y agua y se obtiene una corriente de producto 5, que contiene cloro, oxígeno, HCl y agua;

5. Introducción de la corriente de producto 5 en una etapa de proceso 33 para la separación de HCl y agua en forma de ácido clorhídrico acuoso (corriente 6) de la corriente de producto;

50 6. Introducción de la corriente de producto 7 al menos parcialmente liberada de HCl y agua en una etapa de secado para el secado adicional con reducción de la porción de agua en la corriente de gas;

7. Introducción de la corriente de gas 8 seca obtenida a partir de la etapa de secado en una etapa de compresión de cloro para el aumento de la presión de la corriente de gas de reacción con formación de una corriente de gas 9 comprimida;
- 5 8. Introducción de la corriente de gas 9 comprimida en una etapa de separación para la separación al menos parcial del cloro contenido en el gas (corriente 10) con formación de una corriente de gas 11, que contiene oxígeno no reaccionado;
9. Introducción de la corriente de gas 11 que queda tras la separación de cloro en una etapa de proceso para el lavado de gas para la formación de una corriente purificada 14, purgándose entre la separación de cloro y el lavado de gas una corriente parcial 17 de la corriente de gas 11.
- 10 10. Introducción de la corriente de gas 17 purgada en una etapa de aumento de la presión, en la que se aumenta la presión con formación de una corriente de gas 18 comprimida;
11. Introducción de la corriente de gas 18 comprimida en una etapa de recuperación de Cl₂, en la que se separa a baja temperatura por destilación el cloro contenido en la corriente 18 y se alimenta como corriente de retorno 19 a la separación de Cl₂ y se alimenta la corriente de gas 20 que queda a un tratamiento de gas residual;
- 15 12. Separación de una corriente parcial 12 de la corriente 11 e introducción de corriente 12 al tratamiento de gas residual citado en el 11 o de forma opcional combinación previa con la corriente 20;
13. Combinación de la corriente 14 que viene de la etapa de lavado de gas con una corriente 15 que contiene oxígeno fresco con formación de una corriente de retorno 16.
14. Combinación de la corriente de retorno 16 con la corriente 3 como se describe en el punto 3.
- 20 En esta invención se prevé también de forma particular proveer un dispositivo de regulación del caudal 54 ajustable en el conducto de la corriente de gas 20 que queda tras la etapa de recuperación de cloro 40;
- se provee un equipo de medida de caudal 74 en la corriente parcial 17 adicional, que se conduce a una etapa de aumento de la presión 39;
- 25 se provee un equipo de medida de la presión 64 en o después de la etapa de recuperación de cloro 40, antes del dispositivo de regulación del caudal 54 para la corriente de gas 20 que queda después de esta etapa;
- se provee la unidad de aumento de la presión 39 regulable en su rendimiento;
- mediante un octavo dispositivo de control 98, la corriente parcial 17 adicional se ajusta mediante regulación del rendimiento de la unidad de aumento de la presión 39 de modo que se minimice adicionalmente á corriente parcial 12 descrita anteriormente para el tratamiento de gas residual 37, y
- 30 se mantiene constante mediante un noveno dispositivo de control 99 la presión medida en o después de la etapa de recuperación de cloro 40.
- En esta forma de realización especial del nuevo procedimiento las investigaciones correspondientes han mostrado que se consigue una operativa ventajosa con la provisión de dispositivos de regulación del caudal ajustables adecuados en las corrientes 3, 11, 12, 15 y 20. Al mismo tiempo se proveen equipos de medida de la presión correspondientes en la separación de cloro 36 así como en la corriente 11 (después del dispositivo de regulación del caudal provisto después o en la corriente 11) así como detrás o en de la purificación de gas HCl así como en la recuperación de Cl₂. Además se proveen equipos de medida del caudal en las corrientes 3, 13, 15 y 17 así como un equipo para la medida de la concentración de oxígeno en la corriente 13. Adicionalmente se preven regulables en su rendimiento las etapas de compresión (compresión de HCl, compresión de cloro y etapa de aumento de la presión).
- 35 Una operativa ventajoso del procedimiento se consigue de modo que se mantenga una primera unidad de control del caudal del caudal de HCl medido en la corriente 3 mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal en la corriente 3 en un valor constante.
- Con ayuda de una segunda unidad de control se tiene que mantener en un valor constante la presión medida en o después de la purificación de gas HCl mediante regulación el compresor de HCl.
- 45 Con ayuda de una tercera unidad de control se tiene que mantener el caudal medido en la corriente 15 mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal en la corriente 15 en una relación constante respecto al caudal medido en la corriente 3.
- Con ayuda de una cuarta unidad de control se ajusta la relación anteriormente citada entre la corriente 3 y la corriente 15 de modo que se mantiene constante el contenido en oxígeno medido en la corriente 13.

Con ayuda de una quinta unidad de control se tiene que mantener en un valor constante la presión medida del dispositivo de regulación del caudal, que se provee en la corriente 11 después de la 11, mediante la regulación del dispositivo de regulación de caudal provisto en la corriente 12.

5 Con ayuda de un sexto dispositivo de control se tiene que mantener en un valor constante el caudal medido en la corriente 13 mediante regulación del compresor de cloro.

Con ayuda de un séptimo dispositivo de control se mantiene en un valor constante la presión medida en la separación de cloro mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal provisto en la corriente 11.

Con ayuda de un octavo dispositivo de control se regula el caudal medido en la corriente 17 mediante regulación de la etapa de aumento de la presión de modo que se minimiza la corriente 12.

10 Con ayuda de un noveno dispositivo de control se mantiene en un valor constante la presión medida en la etapa de recuperación de Cl_2 mediante regulación del dispositivo de regulación de caudal provisto en la corriente 20.

Los lavados de gas pueden tener lugar en caso de que no estén contenidas cantidades reseñables de componentes que desactiven el catalizador en la corriente de gas.

15 Una realización preferida del procedimiento se caracteriza porque con la segunda unidad de control (92) la presión regulada alcanza de 200 a 2000 kPa (2 a 20 bar),

alcanzando el contenido en oxígeno regulado mediante la cuarta unidad de control (94) del 10 al 90 % en volumen,

alcanzando la presión regulada mediante la quinta unidad de control (95) de 200 a 2000 kPa (2 a 20 bar),

y alcanzando la presión regulada mediante la séptima unidad de control (97) de 600 a 3000 kPa (6 a 30 bar).

20 Se prefiere usar en la zona de oxidación el procedimiento catalítico conocido como procedimiento Deacon. A este respecto se oxida cloruro de hidrógeno con oxígeno en una reacción en equilibrio exotérmica dando cloro, obteniéndose vapor de agua. La temperatura de reacción es normalmente de 150 a 500 °C, la presión de reacción habitual de 100 a 2500 kPa (1 a 25 bar). Debido a que se trata de una reacción en equilibrio es conveniente trabajar a temperaturas lo más bajas posible, en las que el catalizador presenta una actividad suficiente. Además es necesario usar oxígeno en cantidades sobre-estequiométricas respecto al cloruro de hidrógeno. Es habitual por ejemplo un exceso de oxígeno de dos a varias veces. Debido a que no se teme pérdida de selectividad alguna, puede ser ventajoso económicamente trabajar a presión relativamente alta y en consecuencia a tiempos de residencia prolongados a presión normal.

30 Catalizadores preferidos adecuados para el procedimiento Deacon contienen óxido de rutenio, cloruro de rutenio u otros compuestos de rutenio sobre dióxido de silicio, dióxido de aluminio, dióxido de titanio o dióxido de circonio como soportes. Pueden estar contenidos catalizadores adecuados, por ejemplo, mediante aplicación de cloruro de rutenio sobre el soporte y a continuación secado o secado y calcinación. Catalizadores adecuados pueden contener complementariamente a o en lugar de un compuesto de rutenio también compuestos de otros metales preciosos, por ejemplo, oro, paladio, platino, osmio, iridio, plata, cobre o renio. Catalizadores adecuados pueden contener además óxido de cromo (III).

35 La oxidación catalítica de cloruro de hidrógeno puede llevarse a cabo adiabática o preferiblemente isotérmicamente o aproximadamente isotérmicamente, en discontinuo, pero preferiblemente en continuo como procedimientos en flujo o en lecho fijo, preferiblemente como procedimientos de lecho fijo, con especial preferencia en reactores de haz de tubos en catalizadores heterogéneos a una temperatura de reacción de 180 a 500 °C, preferiblemente de 200 a 400 °C, con especial preferencia de 220 a 350 °C y a una presión de 1000 a 25000 hPa (1 a 25 bar), preferiblemente de 120 a 2000 kPa (1,2 a 20 bar), con especial preferencia de 150 a 1700 kPa (1,5 a 17 bar) y de forma particular de 200 a 1500 kPa (2,0 a 15 bar).

Equipos de reacción habituales en los que se lleva a cabo la oxidación de cloruro de hidrógeno catalítica son reactores de lecho fijo o reactores de lecho fluidizado. La oxidación de cloruro de hidrógeno catalítica se puede llevar a cabo también preferiblemente en varias etapas.

45 En la forma de proceder isotérmica o aproximadamente isotérmica se pueden usar también varios, por ejemplo, 2 a 10, preferiblemente 2 a 6, con especial preferencia 2 a 5, de forma particular 2 a 3, reactores conectados en serie con enfriamiento intermedio adicional. El cloruro de hidrógeno se puede añadir en su totalidad junto con el oxígeno antes del primer reactor o añadirse repartido por los distintos reactores. Esta conexión en serie de reactores individuales se puede reunir también en un aparato.

50 Otra forma de realización preferida de un dispositivo adecuado para el procedimiento consiste en que se usa una carga de catalizador estructurada, con la que aumenta la actividad del catalizador en la dirección de la corriente. Una estructuración de este tipo de la carga de catalizador puede realizarse mediante distinta impregnación de soporte de catalizador con masa activa o mediante distinta dilución del catalizador con un material inerte. Como material inerte se pueden usar, por ejemplo, anillos, cilindros o esferas de dióxido de titanio, dióxido de circonio o sus mezclas,

óxido de aluminio, esteatita, cerámica, vidrio, grafito, acero inoxidable o aleaciones de níquel. Con el uso preferido de cuerpos de moldeo de catalizador el material inerte debería presentar preferiblemente distintas dimensiones externas.

5 Como cuerpos de moldeo de catalizador son adecuados cuerpos de moldeo con formas discretionales, se prefieren comprimidos, anillos, cilindros, estrellas, ruedas o esferas, con especial preferencia en forma de anillos, cilindros o estrellas.

10 Como catalizadores heterogéneos son adecuados de forma particular compuestos de rutenio o compuestos de cobre sobre materiales soporte, que también pueden estar dopados, se prefieren dado el caso catalizadores de rutenio dopados. Como materiales soporte son adecuados, por ejemplo, dióxido de silicio, grafito, dióxido de titanio con estructura de rutilo o anatas, dióxido de circonio, dióxido de aluminio o sus mezclas, preferiblemente dióxido de titanio, dióxido de circonio, dióxido de aluminio o sus mezclas, con especial preferencia óxido de γ - o δ -aluminio o sus mezclas.

15 Los catalizadores con soporte de cobre o de rutenio se pueden obtener, por ejemplo, mediante imprimación del material soporte con soluciones acuosas de CuCl_2 o RuCl_3 y dado el caso de un promotor para el dopado, preferiblemente en forma de sus cloruros. La conformación del catalizador puede realizarse después o preferiblemente antes de la imprimación del material soporte.

20 Para el dopado de los catalizadores son adecuados como promotores metales alcalinos como litio, sodio, potasio, rubidio y cesio, preferiblemente litio, sodio y potasio, con especial preferencia potasio, metales alcalinotérreos como magnesio, calcio, estroncio y bario, preferiblemente magnesio y calcio, con especial preferencia magnesio, metales de tierras raras como escandio, itrio, lantano, cerio, praseodimio y neodimio, preferiblemente escandio, itrio, lantano y cerio, con especial preferencia lantano y cerio o sus mezclas.

Los cuerpos de moldeo pueden secarse y dado el caso calcinarse a continuación a una temperatura de 100 a 400 °C, preferiblemente de 100 a 300 °C, por ejemplo en una atmósfera de nitrógeno, argón o aire. Se prefieren secar los cuerpos de moldeo en primer lugar de 100 a 150 °C y a continuación calcinar de 200 a 400 °C.

25 La conversión en cloruro de hidrógeno en paso simple puede limitarse preferiblemente de 15 a 95 %, preferiblemente de 40 a 90 %, con especial preferencia de 50 a 90 %. Se puede devolver cloruro de hidrógeno no reaccionado tras separación parcial o completa en la oxidación de cloruro de hidrógeno catalítica. La relación en volumen de cloruro de hidrógeno a oxígeno en la entrada al reactor es preferiblemente de 1:1 a 20:1, preferiblemente de 1:1 a 8:1, con especial preferencia de 1:1 a 5:1.

30 Como catalizador se usa preferiblemente un catalizador de rutenio, de forma particular un catalizador a base de cloruro de rutenio como componente catalítico y óxido de estaño como material soporte.

Ejemplos

Ejemplo 1

35 En este ejemplo se describe la operativa ventajosa del procedimiento de acuerdo con la invención con uso de la figura 1.

Se comprime una corriente de gas HCl 1 con presión de entrada constante en un compresor 30. Este compresor 30 posee para la regulación del rendimiento un conducto de venteo (no mostrado) desde la parte de presión a la parte de succión. El conducto de venteo está provisto con una válvula de regulación.

40 A continuación se enfría en primer lugar la corriente de gas 2 comprimida en una etapa de purificación de gas 31 mientras se separan por condensación o por congelación las impurezas orgánicas. Después se conduce por un lecho de carbón activo en el que se separan las últimas impurezas orgánicas. La presión se mide después del lecho de carbón activo. Mediante un circuito de regulación que se compone de medidor de presión 63, la válvula de regulación en el conducto de venteo del compresor de HCl 30 y la unidad de control 92, se mantiene esta presión a 600 kPa (6 bar). Después de la presión se mide igualmente el caudal de HCl. Una válvula de regulación 50 adicional dispuesta después de esto forma con el medidor de caudal 71 y la unidad de control 91 conjuntamente un circuito de regulación adicional, con el que se regula la corriente de gas HCl 3 purificada a 10 t/h. En el paso de la válvula de regulación la presión cae hasta 550 kPa (5,5 bar).

Después se combina la corriente de gas HCl 3 purificada con una corriente de retorno que contiene oxígeno 16 de 14 t/h dando la corriente de material de partida 4. La corriente de retorno 16 contiene oxígeno al 30 % en volumen.

50 En la corriente subsiguiente de una zona de reacción 32 se hacen reaccionar mediante elección adecuada de temperatura y tiempo de residencia el 87 % del HCl alimentado en un catalizador de Ru heterogéneo dando Cl_2 y H_2O .

Se separan HCl no reaccionado y la mayor parte del agua producida en un proceso de separación 33 como ácido clorhídrico al 30 % 6 del gas producto 5.

ES 2 376 153 T3

La corriente de gas 7 que queda de 21 t/h se pone en contacto en la siguiente etapa 34 con ácido sulfúrico y se seca de este modo.

5 En un compresor de cloro 35 se realiza una compresión de la corriente de gas 8 seca a 1200 kPa (12 bar). El compresor de cloro 35 es exactamente como el compresor de HCl 30 con un conducto de venteo equipado con válvula de regulación (no mostrada).

10 En una columna de destilación 36 subsiguiente se libera la corriente de gas 9 seca y comprimida de componentes como O₂, N₂ y CO₂ (corriente 11). El cloro 10 que se obtiene en colas de esta columna se retira como líquido. Los componentes separados se retiran en cabezas de la columna en forma de gas. En el conducto de cabezas se encuentra un medidor de presión 61 y después de este una válvula de regulación 51, que forma junto con el séptimo dispositivo de control 97 un circuito de regulación, con el que se mantiene la presión en el conducto de cabezas a 1200 kPa (12 bar).

15 Después de la válvula de regulación 51 se purga una corriente parcial 12 de 0,4 t/h y se conduce a un tratamiento de gas residual 37, en el que se elimina el gas cloro residual. El caudal purgado 12 se regula mediante una válvula de regulación 52. Para ello se instala antes del conducto de purga un medidor de presión 62 adicional con un quinto dispositivo de control 95; ambos forman junto con la válvula de regulación 52 un circuito de regulación. La válvula de regulación 52 solo deja pasar suficiente gas para que se mantenga una presión de 560 kPa (5,6 bar).

20 Después de la purga de la corriente parcial se mide el caudal del gas que queda 13 desde el conducto de cabezas de la columna de destilación (equipo de medida 72). Con un equipo de medida 81 adicional se mide el contenido en O₂. La medida del caudal 72 y la válvula de regulación en el conducto de venteo del compresor de cloro forman con el dispositivo de control 96 un circuito de regulación, con el que el caudal del gas 13 que queda tras la purga de la corriente parcial se regula a 12 t/h. El valor de ajuste es consecuencia de la corriente de gas HCl alimentada, de modo que con su aumento también tiene lugar un aumento del caudal aquí regulado.

25 Debido a que se devuelve el gas 13 que queda en el proceso, se debería liberar primero de los componentes que pueden desactivar el catalizador en la zona de reacción 32. Para ello se provee un lavado de gas 38 del que sale la corriente de gas 14 purificada. Si el gas 13 que queda no contiene componentes que desactiven el catalizador se puede alimentar también al lavado de gas 38 (dibujado a trazos).

30 Después del lavado de gas 38 se alimenta oxígeno fresco 15 como sustitución del oxígeno consumido en el proceso. El caudal se mide con el equipo de medida del caudal 73. Después de la medida se encuentran una válvula de regulación 53, que forma junto con el medidor de caudal 73 y la tercera unidad de control 93 un circuito de regulación. Con este circuito de regulación se regula a continuación de la corriente de gas HCl 3 alimentada la cantidad de oxígeno fresco 15 en 2 t/h. Con la medida anteriormente descrita del contenido en O₂ y la unidad de control 94 se corrige esta regulación.

Ejemplo 2

35 En este ejemplo se describe en función de la figura 2 una forma de proceder preferida del procedimiento de acuerdo con la invención con recuperación de cloro adicional. Una corriente de gas HCl 1 con presión de entrada constante se comprime en un compresor 30. Este compresor 30 posee para la regulación del rendimiento un conducto de venteo (no mostrado) desde la parte de presión a la de succión. El conducto de venteo se provee con una válvula de regulación.

40 A continuación se enfría en primer lugar la corriente de gas 2 comprimida en una etapa de purificación de gas 31 de modo que se condensan o congelan las impurezas orgánicas. Luego se conduce por un lecho de carbón activo, en el que se separan las últimas impurezas orgánicas. Se mide la presión después del lecho de carbón activo. Mediante un circuito de regulación que se compone del medidor de presión 63, la válvula de regulación en el conducto de venteo del compresor de HCl 30 y la unidad de control 92, se mantiene esta presión a 600 kPa (6 bar). Después de la presión se mide igualmente el caudal de HCl. Una válvula de regulación 50 adicionalmente incorporada forma conjuntamente con la medida de caudal 71 y la unidad de control 91 un circuito de regulación adicional, con el que se regula la corriente de gas HCl purificada a 10 t/h. En las corrientes de la válvula de regulación la presión cae a la presión en el circuito.

Después se combina la corriente de gas HCl 3 purificada con una corriente de retorno 16 que contiene oxígeno de 14 t/h dando la corriente de material de partida 4. La corriente de retorno 16 contiene 30 % en volumen de oxígeno.

50 Con el subsiguiente caudal de una zona de reacción 32 se hacen reaccionar mediante elección adecuada de temperatura y tiempo de residencia el 87 % del HCl alimentado en un catalizador de Ru heterogéneo dando Cl₂ y H₂O.

Se separan HCl no reaccionado y la mayor parte del agua producida en un proceso de separación 33 como ácido clorhídrico al 30 % 6 del gas producto 5.

La corriente 7 que queda de 21 t/h se pone en contacto en la siguiente etapa 34 con ácido clorhídrico y se seca de este modo.

5 En un compresor de cloro 35 se realiza una compresión de la corriente de gas 8 seca hasta 1200 kPa (12 bar). El compresor de cloro 35 está configurado exactamente como el compresor de HCl 30 con un conducto de venteo con válvula de regulación (no mostrado).

10 En una columna de destilación 36 subsiguiente se libera la corriente de gas 9 seca y comprimida de componentes como O₂, N₂ y CO₂ (corriente 11). El cloro 10 que se obtiene en colas de esta columna se retira como líquido. Se eliminan los componentes separados en cabezas de la columna en forma de gas. En el conducto de cabezas se encuentra un medidor de presión 61 y detrás una válvula de regulación 51, que forma junto con el séptimo dispositivo de control 97 un circuito de regulación, con el que se mantiene la presión en el conducto de cabezas a 1200 kPa (12 bar).

15 Después de la válvula de regulación 51 se purga una corriente parcial 12 de 0,1 t/h y se conduce a un tratamiento de gas residual 37, en el que se elimina el gas cloro residual. El caudal purgado 12 se regula mediante una válvula de regulación 52. Para ello se instala antes del conducto de purga un medidor de presión 62 adicional con un quinto dispositivo de control 95; ambos forman junto con la válvula de regulación 52 un circuito de regulación. La válvula de regulación 52 solo deja pasar suficiente gas para que se mantenga una presión de 560 kPa (5,6 bar). Se retira una corriente parcial 17 adicional de 0,3 t/h para la recuperación adicional de cloro antes de la corriente parcial 12 y se alimenta al compresor 39. El compresor 39 posee para la regulación del rendimiento un conducto de venteo (no mostrado) desde la parte de presión a la de succión. El conducto de venteo está provisto con una válvula de regulación. Luego se alimenta la corriente parcial 18 comprimida adicional de una columna de destilación 40 en la que se separa a temperatura reducida cloro licuado 19 y se recupera en la separación de cloro 36. El caudal de la corriente parcial 17 se mide con ayuda del equipo de medida del caudal 74 y se mantiene constante con un circuito de regulación, constituido por este equipo de medida de caudal, la unidad de control 98 y la válvula de regulación en el conducto de venteo del compresor 39. En el conducto de la corriente de gas 20 desde la cabeza de la columna 40 se conecta una válvula de regulación 54, que mantiene constante mediante la medida de presión 64 y la unidad de control 99 la presión en la columna de destilación. La corriente parcial 20 así purificada se alimenta al tratamiento de gas residual 37.

30 Después de la purga de las corrientes parciales 12 y 17 se mide el caudal del gas 13 que queda desde el conducto de cabezas de la columna de destilación con el equipo de medida del caudal 72. Con un equipo de medida adicional se mide el contenido en O₂. El medidor de caudal, la válvula de regulación en el conducto de venteo (no mostrado) del compresor de cloro y la unidad de control 96 forman un circuito de regulación, con el que se regula el caudal del gas 13 que queda tras la purga de la corriente parcial a 12 t/h. El valor de ajuste es consecuencia de la corriente de gas HCl alimentada, de modo que con su aumento se produce también un aumento del caudal aquí regulado.

35 Debido a que se devuelve el gas 13 que queda en el proceso se debería liberar primero de los componentes que pueden desactivar el catalizador en la zona de reacción. Para ello se provee un lavado de gas 38 del que sale la corriente de gas 14 purificada. Si el gas 13 que queda no contiene componentes que desactiven el catalizador se puede alimentar también al lavado de gas 38 (alternativa dibujada a trazos en la figura 2).

40 Después del lavado de gas 38 se alimenta oxígeno fresco 15 como sustitución del oxígeno consumido en el proceso. Se mide el caudal (equipo de medida 73). Después de la medida se encuentran una válvula de regulación 53, que forma junto con el medidor de caudal 73 y la tercera unidad de control 93 un circuito de regulación. Con este circuito de regulación se regula a continuación de la corriente de gas HCl 3 alimentada la cantidad de oxígeno fresco 15 en 2 t/h. Con la medida anteriormente descrita del contenido en O₂ y la unidad de control 94 se corrige esta regulación.

Ejemplo 3 (comparativo)

45 En este ejemplo se describe en función de la figura 3 una forma de proceder que se puede derivar de las estrategias de regulación habituales para procedimientos sin operativa en circuito, sin embargo significa coste adicional frente a la forma de proceder según el ejemplo 1. Una corriente de gas HCl 1 con presión de entrada constante se comprime en un compresor 30. Este compresor 30 posee para la regulación del rendimiento un conducto de venteo (no mostrado) desde la parte de presión a la de succión. El conducto de venteo se provee con una válvula de regulación.

50 A continuación se enfría en primer lugar la corriente de gas 2 comprimida en una etapa de purificación de gas 31 de modo que se condensan o congelan las impurezas orgánicas. Luego se conduce por un lecho de carbón activo, en el que se separan las últimas impurezas orgánicas. Se mide la presión después del lecho de carbón activo. Mediante un circuito de regulación que se compone del medidor de presión 63, la válvula de regulación en el conducto de venteo del compresor de HCl 30 y la unidad de control 92, se mantiene esta presión a 600 kPa (6 bar). Después de la presión se mide igualmente el caudal de HCl. Una válvula de regulación 50 adicionalmente incorporada forma conjuntamente con la medida de caudal 71 y la unidad de control 91 un circuito de regulación adicional, con el que se regula la corriente de gas HCl purificada a 10 t/h. En las corrientes de la válvula de regulación la presión cae a la presión en el circuito.

ES 2 376 153 T3

Después se combina la corriente de gas HCl 3 purificada con una corriente de retorno 16 que contiene oxígeno de 14 t/h dando la corriente de material de partida 4. La corriente de retorno 16 contiene un 30 % en volumen de oxígeno.

5 Con el subsiguiente paso por una zona de reacción 32 se hacen reaccionar mediante elección adecuada de temperatura y tiempo de residencia el 87 % del HCl alimentado en un catalizador de Ru heterogéneo dando Cl₂ y H₂O.

Se separan HCl no reaccionado y la mayor parte del agua producida en un proceso de separación 33 como ácido clorhídrico al 30 % 6 del gas producto 5.

10 La corriente 7 que queda de 21 t/h se pone en contacto en la siguiente etapa 34 con ácido clorhídrico y se seca de este modo.

15 En un compresor de cloro 35 se realiza una compresión de la corriente de gas 8 seca hasta 1200 kPa (12 bar). El compresor de cloro 35 está configurado exactamente como el compresor de HCl 30 con un conducto de venteo con válvula de regulación (no mostrado). Antes del compresor de cloro se encuentra un medidor de presión 65, que junto con la válvula de regulación en el conducto de venteo del compresor de cloro y el dispositivo de control 100 forman un circuito de regulación. Mediante esta regulación se mantiene la presión antes del compresor de cloro en 450 kPa (4,5 bar).

20 En una columna de destilación 36 subsiguiente se libera la corriente de gas 9 seca y comprimida de componentes como O₂, N₂ y CO₂ (corriente 11). El cloro 10 que se obtiene en colas de esta columna se retira como líquido. Se eliminan los componentes separados en cabezas de la columna en forma de gas. En el conducto de cabezas se encuentra un medidor de presión 61 y detrás una válvula de regulación 51, que forma junto con el séptimo dispositivo de control 97 un circuito de regulación, con el que se mantiene la presión en el conducto de cabezas a 1200 kPa (12 bar).

25 Después de la válvula de regulación 51 se purga una corriente parcial 12 de 0,4 t/h y se conduce a un tratamiento de gas residual 37, en el que se elimina el gas cloro residual. El caudal purgado 12 se regula mediante una válvula de regulación 52. Para ello se instala antes del conducto de purga un medidor de presión 62 adicional con un quinto dispositivo de control 95; ambos forman junto con la válvula de regulación 52 un circuito de regulación. La válvula de regulación 52 solo deja pasar suficiente gas para que se mantenga una presión de 650 kPa (6,5 bar).

Después de la purga de la corriente parcial se mide en el caudal del gas 13 que queda con un equipo de medida 81 el contenido en O₂.

30 Debido a que se devuelve el gas 13 que queda en el proceso, se debería liberar primero de los componentes que pueden desactivar el catalizador en la zona de reacción. Para ello se provee un lavado de gas 38 del que sale la corriente de gas 14 purificada. Si el gas 13 que queda no contiene componentes que desactiven el catalizador se puede alimentar también al lavado de gas 38 (dibujada a trazos).

35 Después del lavado de gas 38 se alimenta oxígeno fresco 15 como sustitución del oxígeno consumido en el proceso. Se mide el caudal (equipo de medida 73). Después de la medida se encuentran una válvula de regulación 53, que forma junto con el medidor de caudal 73 y la tercera unidad de control 93 un circuito de regulación. Con este circuito de regulación se regula a continuación de la corriente de gas HCl 3 alimentada la cantidad de oxígeno fresco 15 en 2 t/h. Con la medida anteriormente descrita del contenido en O₂ y la unidad de control 94 se corrige esta regulación.

40 Para poder regular ahora la corriente 14 que se recupera en el procedimiento se debe proveer un equipo de regulación adicional que no se requiere en el ejemplo 1 y genere una caída de presión adicional. Para ello se mide después del lavado de gas el caudal de la corriente de gas 14 con un equipo de medida de caudal 75. Adicionalmente se usa una válvula de regulación 55 en la corriente 14. Esta forma junto con el medidor de caudal 75 de la corriente de gas 14 y la unidad de control 101 un circuito de regulación. Con este circuito de regulación se regula el caudal medido a 12 t/h. El valor de ajuste es consecuencia de la corriente de gas HCl alimentada, de modo que con su aumento también tiene lugar un aumento del caudal aquí regulado. A este respecto en la válvula de regulación 55 cae la presión hasta aproximadamente 550 kPa (5,5 bar).

45 Este circuito de regulación adicional regula el caudal directamente ya que, por ejemplo, con el requerimiento de un caudal mayor la válvula de regulación 55 se abre y la presión posterior aumenta hasta el punto que la unidad de control 100 para la regulación de la presión previa del compresor de cloro 35 cierre suficientemente su conducto de venteo y con ello haya aumentado la corriente del circuito. Esto conduce a una ralentización no necesaria y con ello a una peor calidad de regulación. Además la presión creciente antes de la zona de reacción 32 conduce a una desviación innecesaria en la zona de reacción, lo que empeora adicionalmente la calidad de regulación.

50

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la producción de cloro mediante una oxidación en fase gas catalizada de cloruro de hidrógeno con una corriente de gas que contiene oxígeno, constituido por las etapas de proceso:

- 5 a) compresión de la corriente de cloruro de hidrógeno (1) en una etapa de compresión de HCl (30) a una presión elevada;
- b) purificación de la corriente de cloruro de hidrógeno comprimida (2) en una etapa de purificación de gas HCl (31);
- c) combinación de una corriente de retorno que contiene oxígeno (16) con la corriente de cloruro de hidrógeno purificada (3) dando una corriente de material de partida (4);
- 10 d) introducción de la corriente de material de partida (4) en la zona de oxidación (32), en la que se hacen reaccionar cloruro de hidrógeno y oxígeno por una parte dando cloro y agua, y se obtiene una corriente de producto (5), que contiene cloro, oxígeno, cloruro de hidrógeno y agua;
- e) introducción de la corriente de producto (5) en una etapa de proceso (33) para la separación de cloruro de hidrógeno y agua en forma de ácido clorhídrico acuoso (6) a partir de la corriente de producto (5);
- 15 f) introducción de la corriente de producto (7) liberada al menos parcialmente del cloruro de hidrógeno y agua en una etapa de secado (34) para el secado adicional con reducción de la porción de agua en la corriente de producto (7);
- g) introducción de la corriente de gas (8) seca obtenida de la etapa de secado (34) en una etapa de compresión de cloro (35) para el aumento de la presión de la corriente de gas (8) con formación de una corriente de gas (9) comprimida;
- 20 h) introducción de la corriente de gas (9) comprimida a una etapa de separación (36) para la separación al menos parcial del cloro (10) contenido en el gas (9) con formación de una corriente de gas (11), que contiene oxígeno no reaccionado;
- i) purga de una corriente parcial (12) de la corriente de gas (11);
- j) introducción de la corriente parcial (12) purgada de gas en una etapa de tratamiento de gas residual (37);
- 25 k) combinación del gas que queda tras purgar una corriente parcial (12) de la corriente de gas (11) con una corriente (15) que contiene oxígeno fresca con formación de una corriente de retorno (16) que contiene oxígeno;
- l) retorno de la corriente de retorno (16) para la combinación de esta corriente (16) con la corriente de cloruro de hidrógeno purificada en la etapa de proceso c),
caracterizado porque
- 30 A) se proveen dispositivos de regulación del caudal ajustables (50, 51, 52, 53) en los conductos para la corriente de cloruro de hidrógeno (3) purificada, la corriente de gas (11) que queda tras la separación de cloro, la corriente parcial de gas (12) que se introduce en la etapa de tratamiento de gas residual y en la corriente (15) que contiene oxígeno fresco,
- 35 B) se proveen equipos de medida de presión (63, 61, 62) después o en la etapa de proceso (31) para la purificación de la corriente de cloruro de hidrógeno en la separación de cloro (36) así como en el conducto de la corriente (11) que queda tras la separación de cloro por detrás del dispositivo de regulación del caudal (51) que se provee en esta corriente,
- C) se proveen equipos de medida del caudal (71, 72, 73) en los conductos para la corriente de cloruro de hidrógeno purificado (3), la corriente de gas (13) que queda tras la separación de cloro, tras la purga de una corriente parcial (12) para el tratamiento de gas residual, y la corriente (15) que contiene oxígeno fresco,
- 40 D) se provee un equipo (81) para la medida de la concentración de oxígeno en la corriente de gas (13) que queda tras la separación de cloro, tras la purga de una corriente parcial (12) para el tratamiento de gas residual,
- E) se proveen ambas etapas de compresión, es decir, la compresión de cloruro de hidrógeno (30) y la compresión de cloro (35), ajustables en su rendimiento,
y para asegurarel funcionamiento ventajoso de los equipos,
- 45 F) mediante una primera unidad de control (91) la corriente de cloruro de hidrógeno purificada (3) se mantiene a un caudal constante en esta corriente (3) mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal (50),

- G) mediante una segunda unidad de control (92) la presión medida en o después de la etapa de proceso (31) para la purificación de la corriente de cloruro de hidrógeno comprimida se mantiene a un valor constante mediante regulación de la compresión de cloruro de hidrógeno (30),
- 5 H) mediante una tercera unidad de control (93) la corriente que contiene oxígeno (15) se mantiene, mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal (53) en la corriente (15) que contiene oxígeno fresco. a una relación de caudal constante respecto a la corriente de cloruro de hidrógeno (3) purificada,
- 10 I) mediante una cuarta unidad de control (94) la relación de caudal citada anteriormente entre la corriente de cloruro de hidrógeno (3) purificada y la corriente que contiene oxígeno (15) se regula de manera tan precisa que se mantiene constante el contenido en oxígeno, que se mide en la corriente de gas que queda (13) tras la separación de cloro, tras la purga de una corriente parcial (12) para el tratamiento de gas residual,
- J) mediante una quinta unidad de control (95) la presión medida en la corriente de gas que queda (11) tras la separación de cloro (36) después del dispositivo de regulación del caudal (51) provisto en esta corriente, se mantiene a un valor constante mediante la regulación del dispositivo de regulación del caudal (52) para la corriente parcial (12) introducida en el tratamiento de gas residual (37),
- 15 K) mediante un sexto dispositivo de control (96) el caudal de la corriente de gas (13) que queda tras la separación del cloro, después de la purga de una corriente parcial (12) para el tratamiento de gas residual se mantiene a un valor constante mediante regulación de la etapa de compresión de cloro (35), y
- 20 L) mediante un séptimo dispositivo de control (97) la presión medida en la separación de cloro (36) se mantiene a un valor constante mediante regulación del dispositivo de regulación del caudal (51) en la corriente de gas (11) que queda tras la separación de cloro (36).
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la corriente de gas (11) o el gas que queda tras la purga de una corriente parcial (12) de la corriente de gas (11) se introduce en una etapa de proceso (38) para el lavado del gas.
- 25 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque de la corriente de gas (11) que queda tras la separación de cloro (36) se purga una corriente parcial (17) adicional, que se comprime en una etapa de aumento de la presión (39) y luego se conduce a una etapa de recuperación de cloro (40), en la que se separa el cloro contenido en esta corriente parcial (18) comprimida por destilación a baja temperatura y se alimenta como corriente de retorno (19) a la separación de cloro (36) y la corriente de gas (20) que queda se alimenta al tratamiento de gas residual (37);
- 30 se provee un dispositivo de regulación del caudal (54) ajustable en el conducto de la corriente de gas (20) que queda tras la etapa de recuperación de cloro (40);
- se provee un equipo de medida del caudal (74) en la corriente parcial (17) adicional, que se conduce a la etapa de aumento de la presión (39);
- 35 se provee un equipo de medida de presión (64) en o después de la etapa de recuperación de cloro (40), antes del dispositivo de regulación del caudal (54) para la corriente de gas (20) que queda después de esta etapa;
- se provee la unidad de aumento de la presión (39) ajustable en su rendimiento; regulándose mediante un octavo dispositivo de control (98) la corriente parcial (17) adicional mediante el ajuste del rendimiento de la unidad de aumento de la presión (39) de modo que se minimiza la corriente parcial (12) anteriormente descrita para el tratamiento de gas residual (37), y
- 40 se mantiene constante mediante un noveno dispositivo de control (99) la presión medida en o después de la etapa de recuperación de cloro (40) mediante el ajuste del dispositivo de regulación del caudal 54.
- 45 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se mide la concentración de oxígeno en la corriente de gas (11) que queda tras la separación de cloro, o en la corriente parcial (12) purgada para la etapa de tratamiento de gas residual, o en la corriente parcial (17) adicional purgada para la etapa de aumento de la presión, o en la corriente (14) que viene de la etapa de lavado de gas (38), o en la corriente (16) tras la combinación de la corriente (14) con una corriente (15) que contiene oxígeno fresco.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la presión regulada mediante la segunda unidad de control (92) es de 200 a 2000 kPa (2 a 20 bar),
- el contenido en oxígeno regulado por la cuarta unidad de control (94) es del 10 al 90 % en volumen,
- 50 la presión regulada por la quinta unidad de control (95) es de 200 a 2000 kPa (2 a 20 bar),
- y la presión regulada por la séptima unidad de control (97) es de 600 a 3000 kPa (6 a 30 bar).

6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque en la etapa de oxidación (32) se usa un catalizador de rutenio, de forma particular un catalizador a base de cloruro de rutenio y óxido de estaño como material soporte.

5

10

15

20

25

30

35

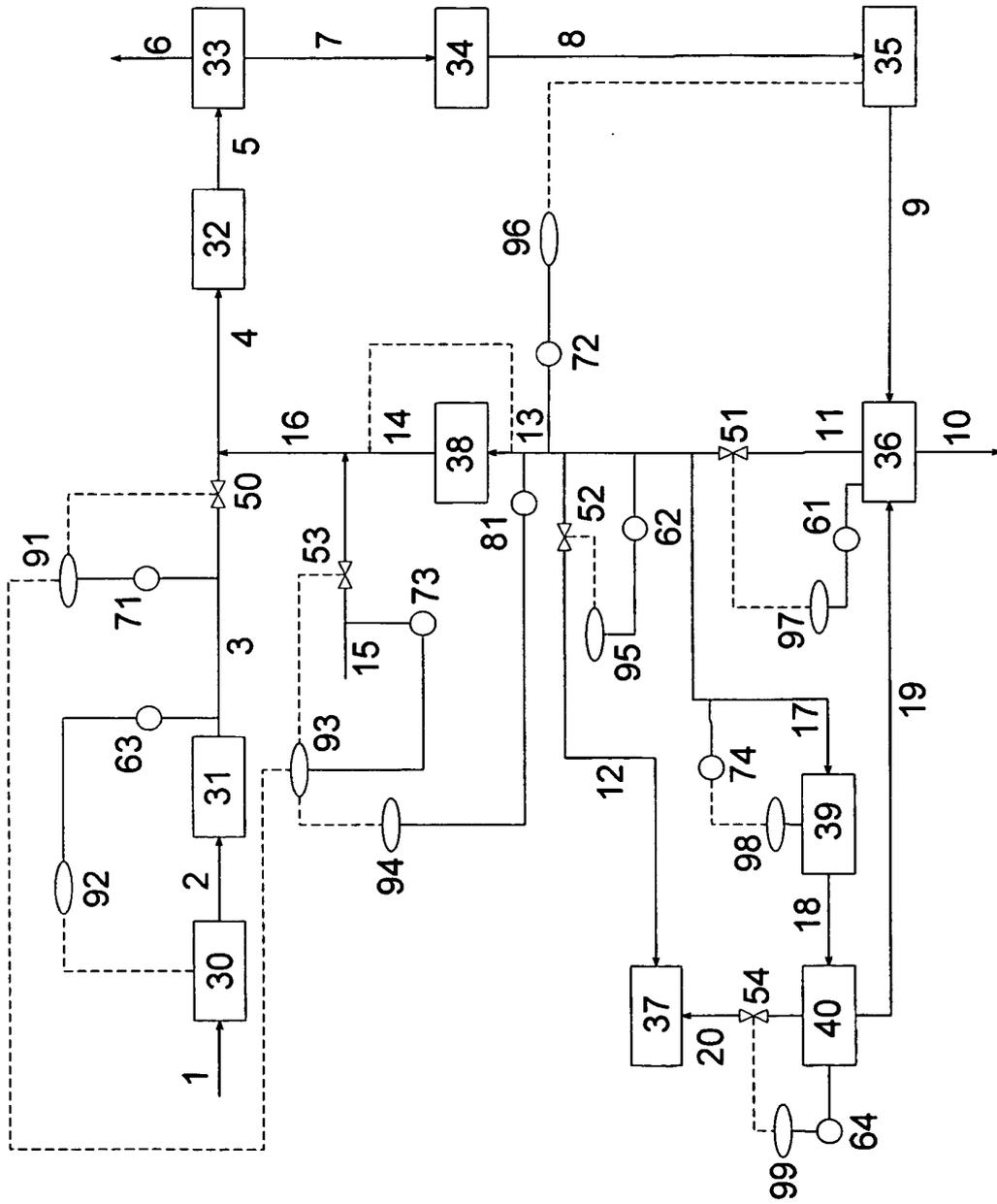


Fig. 2

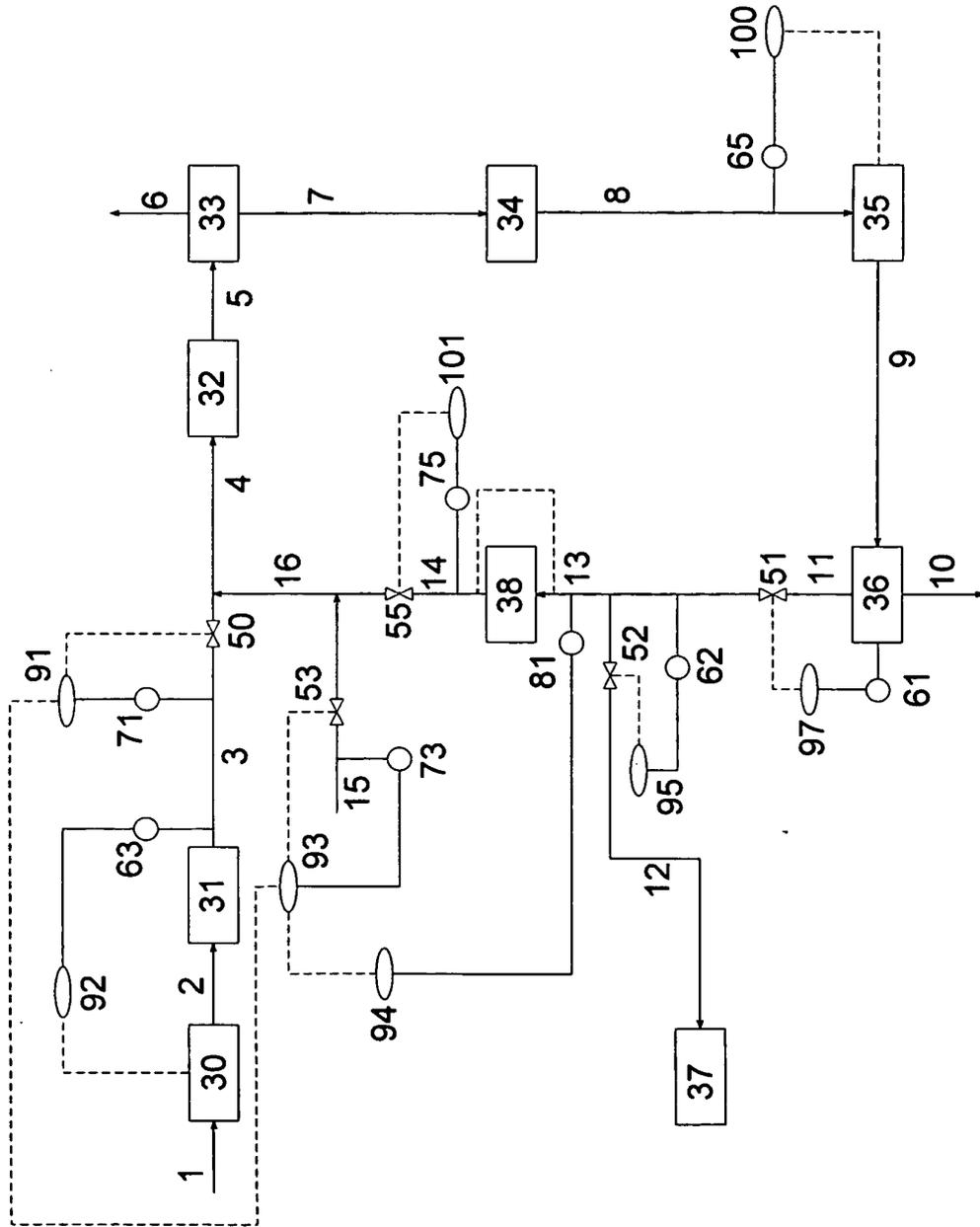


Fig. 3