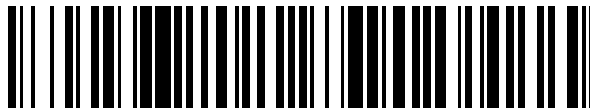


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 532 391**

51 Int. Cl.:

C01B 7/04 (2006.01)

C01B 7/03 (2006.01)

C01B 31/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.12.2006 E 06834542 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.03.2015 EP 1961699**

54 Título: **Método para la producción de cloro**

30 Prioridad:

08.12.2005 JP 2005354817

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.03.2015

73 Titular/es:

**SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED
(100.0%)
27-1, Shinkawa 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-8260 , JP**

72 Inventor/es:

**MORI, YASUHIKO y
OMOTO, NORIHITO**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 532 391 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

Método para la producción de cloro

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un proceso para producir cloro como se define en las reivindicaciones.

10 **Técnica anterior**

10 El cloro es útil como materia prima para cloruro de vinilo, fosgeno o similares, y también se sabe bien que se obtiene por medio de oxidación de ácido clorhídrico. Se sabe que el ácido clorhídrico obtenido como subproducto de síntesis de isocianato por medio de reacción de fosgeno y amina primaria se utiliza como este ácido clorhídrico. Se produce cloro por medio de oxidación de ácido clorhídrico obtenido de esta forma a través de la reacción catalítica en fase gas en presencia de un catalizador.

15 Si están presentes componentes sulfúricos en el ácido clorhídrico que sirve como materia prima para la producción de cloro, se ejerce una mala influencia sobre el catalizador en la oxidación del ácido clorhídrico. Por tanto, las cantidades de componentes sulfúricos presentes en el ácido clorhídrico se deben reducir al mínimo. Como origen de los componentes sulfúricos presentes en el ácido clorhídrico que es un sub-producto de síntesis de isocianato, se pueden mencionar sulfuro de carbonilo, ácido sulfhídrico, dióxido de carbono y dióxido de azufre presentes en el monóxido de carbono empleado en la síntesis de fosgeno, dióxido de azufre y bruma de ácido sulfúrico presente en el cloro que sirve de forma similar como materia prima para sintetizar fosgeno y un componente de ácido sulfúrico presente en una amina empleada para isocianación. Mientras que la mayoría de estos componentes sulfúricos se mezclan de manera posible en el isocianato o se descargan a partir del sistema junto con los residuos de alto punto de ebullición en la síntesis de isocianato, se mezclan sus partes para dar lugar a ácido clorhídrico en forma de sub-producto, para ejercer influencia en la actividad de la oxidación anteriormente mencionada de ácido clorhídrico.

20 Como método de purificación de este ácido clorhídrico empleado como materia prima para la producción de cloro, se conoce un método de retirada de impurezas tales como los componentes sulfúricos por medio de absorción de agua previa del ácido clorhídrico y posteriormente separando la misma, por ejemplo (referencia a la patente japonesa abierta a inspección pública N° 2000-34105 (que corresponde a los documentos BE1011944A4 y CN1201013A), por ejemplo). También se conoce un método de conversión de componentes sulfúricos en iones de ácido sulfúrico por medio de adición de un oxidante cuando se produce la absorción de agua del ácido clorhídrico de manera que los componentes sulfúricos apenas se mezclen en la separación de gas de ácido clorhídrico (referencia a la patente japonesa abierta a inspección pública N° 2004-345883, por ejemplo). No obstante, estos métodos no solo son complicados sino que también tienen el problema de que la energía para la separación del ácido clorhídrico es importante desde el punto de vista de la ausencia de rentabilidad.

30 El documento WO 2005/012173 A1 divulga un proceso para la producción de fosgeno que comprende: introducir una corriente de monóxido de carbono en un carbono activado impregnado con óxido metálico, reducir la concentración de ácido sulfhídrico en la corriente de monóxido de carbono para producir una corriente limpia, donde la concentración de ácido sulfhídrico de corriente limpia es menor o igual de aproximadamente 20 ppm, y hacer reaccionar monóxido de carbono en la corriente limpia con cloro para producir fosgeno.

45 El documento WO 2004/063094 A1 se refiere a un método para producir gas de monóxido de carbono que se encuentra tan libre como resulte posible de compuestos de azufre.

50 El documento WO 2004/037718 A2 divulga un método para producir cloro a partir de ácido clorhídrico.

Divulgación de la invención

55 Se ha propuesto la presente invención con el fin de solucionar los problemas anteriormente mencionados, y uno de sus objetivos es proporcionar un método capaz de reducir el contenido de azufre del ácido clorhídrico empleado para producir cloro hasta un nivel que prácticamente no sea un problema para la reacción, sin llevar a cabo la absorción de agua y la separación del ácido clorhídrico.

60 Los inventores han llevado a cabo intensos exámenes, para descubrir que el componente sulfúrico presente en el gas de ácido clorhídrico procede principalmente de un componente sulfúrico presente en el monóxido de carbono empleado para la síntesis de fosgeno que se usa como materia prima para sintetizar isocianato y el contenido de ácido clorhídrico que es un sub-producto de la síntesis de isocianato se puede reducir de manera notable limitando el contenido de azufre en el monóxido de carbono a no más de 2000 ppb en volumen, de manera que se pueda producir cloro de forma estable durante un periodo largo por medio de oxidación de ácido clorhídrico, y se pueda completar la presente invención. En otras palabras, la presente invención es como se muestra a continuación:

65

El proceso para producir cloro de acuerdo con la presente invención es un proceso para producir cloro, usando ácido clorhídrico como materia prima que es un sub-producto de la síntesis de isocianato haciendo reaccionar fosgeno y una amina primaria y oxidando el ácido clorhídrico a través de una reacción catalítica en fase gas en presencia de un catalizador, en el que el contenido de azufre en el monóxido de carbono empleado como materia prima para el fosgeno se ajusta en no más de 2000 ppb en volumen.

En este caso, preferentemente se reutiliza el oxígeno que no ha reaccionado en la oxidación de ácido clorhídrico tras el lavado de una parte de la materia prima para la oxidación de ácido clorhídrico.

Preferentemente, en el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención, se ajusta un contenido de azufre en el cloro producido por medio de la oxidación de ácido clorhídrico en no más de 1000 ppb en volumen, y el cloro se usa como parte y/o la totalidad de la materia prima para el fosgeno.

En el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención, se puede reducir de forma importante el contenido de azufre en el ácido clorhídrico que es un sub-producto de síntesis de isocianato, sin llevar a cabo absorción de agua y separación de ácido clorhídrico, de modo que se puede producir cloro de forma estable por medio de oxidación de ácido clorhídrico durante un periodo largo.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un diagrama que muestra de forma esquemática el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención.

La Figura 2 es un diagrama conceptual que muestra un ejemplo preferido de un proceso de oxidación para ácido clorhídrico a través de una reacción en fase gas en el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención.

Mejores modos de llevar a cabo la invención

La Figura 1 muestra de forma esquemática el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención. De acuerdo con la presente invención, se produce cloro por medio de oxidación de ácido clorhídrico a través de una reacción catalítica en fase gas en presencia de un catalizador, y se emplea ácido clorhídrico que es un sub-producto de la síntesis de isocianato haciendo reaccionar fosgeno y amina primaria como ácido clorhídrico usado para esta oxidación. Un método de síntesis de fosgeno que sirve como materia prima para este isocianato consiste en hacer reaccionar cloro con monóxido de carbono. Por ejemplo, se puede sintetizar fosgeno haciendo reaccionar cloro y monóxido de carbono uno con el otro, como se describe en Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry, Sexta, Edición Completamente Revisada, vol. 26, pág. 71-81. En el ejemplo mostrado en la Figura 1, se sintetiza el fosgeno por medio de reutilización del cloro obtenido por medio de este proceso para producir cloro y mezcla del mismo en cloro electrolítico, y reacción de monóxido de carbono con el mismo. El proceso para la producción de cloro de acuerdo con la presente invención se caracteriza por que la cantidad de componente sulfúrico presente en el monóxido de carbono que sirve como materia prima para este fosgeno se ajusta en no más de 2000 ppb en volumen (preferentemente no más de 1000 ppb en volumen).

Como método para retirar de forma eficaz el componente sulfúrico del monóxido de carbono, se puede emplear un método bien conocido. Como se describe en la Patente Internacional Abierta a Inspección Pública N° 93/13184, por ejemplo, el contenido de ácido sulfhídrico en el gas de monóxido de carbono se puede fijar en 2000 ppb por medio del empleo de carbono activado que contiene óxido de hierro. Como se describe en el documento US 2004/14190, por ejemplo, se puede retirar el componente sulfúrico del monóxido de carbono por medio de adición de vapor de agua al gas de monóxido de carbono, convirtiendo el compuesto de azufre orgánico en ácido sulfhídrico en presencia de alúmina eficaz y posteriormente absorbiendo/retirando el ácido sulfhídrico resultante. De acuerdo con el método divulgado en el último documento, el contenido de azufre del monóxido de carbono se puede reducir hasta 2 mg/m^3 (= 750 ppb en volumen).

Un método para sintetizar la amina primaria no está particularmente limitado, sino que se puede sintetizar la amina primaria por medio de un método apropiado bien conocido. Por ejemplo, se puede sintetizar la amina primaria por medio del empleo de ácido nítrico como materia prima y llevando a cabo una valoración y aminación haciendo reaccionar la misma con hidrógeno. Se sintetiza el isocianato haciendo reaccionar el fosgeno y la amina primaria obtenida en la forma anteriormente mencionada.

En el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención, la cantidad de componente sulfúrico presente en el monóxido de carbono que sirve como materia prima para el fosgeno también es tan reducida que el contenido de ácido clorhídrico para producir cloro se puede reducir como consecuencia de la oxidación del ácido clorhídrico que es un sub-producto de la síntesis de isocianato usando este fosgeno. La concentración de componente sulfúrico presente en el monóxido de carbono tratado por medio del proceso anteriormente mencionado no es más de 2000 ppb en volumen, preferentemente no más que 1000 ppb en volumen. Esta concentración de componente sulfúrico indica un valor medido por medio de cromatógrafo de gases, por ejemplo.

La Figura 2 es un diagrama conceptual que muestra un ejemplo preferido del proceso de oxidación para ácido clorhídrico a través de la reacción catalítica en fase gas en el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención. En general, la oxidación del ácido clorhídrico a través de la reacción catalítica en fase gas de la presente invención incluye básicamente cuatro etapas, es decir, [1] una etapa de reacción, [2] una etapa de absorción, [3], una etapa de secado y [4] una etapa de purificación.

[1] Etapa de Reacción

Esta es una etapa de obtención de gas principalmente formado por cloro, agua, ácido clorhídrico que no ha reaccionado y oxígeno que no ha reaccionado por medio de oxidación de un gas que contiene ácido clorhídrico con oxígeno en presencia de un catalizador. Como gas que contiene ácido clorhídrico, se emplea ácido clorhídrico que es un sub-producto de síntesis de isocianato haciendo reaccionar fosgeno y una amina primaria, como se muestra en la Figura 1. La concentración de ácido clorhídrico en este gas es al menos un 10 % en volumen, preferentemente al menos un 50 % en volumen, más preferentemente al menos un 80 % en volumen. Si la concentración de ácido clorhídrico es menor de un 10 % en volumen, la concentración de oxígeno en el gas principalmente formado por oxígeno que no ha reaccionado obtenido en la etapa de purificación descrita posteriormente se ve reducida, y puede resultar necesario reducir la cantidad de este gas suministrado a la etapa de reacción en una etapa de circulación descrita posteriormente.

Como componentes diferentes de ácido clorhídrico en el gas que contiene ácido clorhídrico, se pueden mencionar hidrocarburos aromáticos clorados tales como ortodichlorobenceno o monoclorobenceno, e hidrocarburos aromáticos tales como tolueno o benceno, e hidrocarburos clorados tales como cloruro de vinilo, 1,2-dicloroetano, cloruro de metilo, tetracloruro de cloro o cloruro de etilo, e hidrocarburos tales como metano, acetileno, etileno o propileno, y gas inorgánico tal como nitrógeno, argón, dióxido de carbono, monóxido de carbono, fosgeno, hidrógeno, sulfuro de carbonilo, ácido sulfhídrico o dióxido de azufre. En la reacción entre ácido clorhídrico y oxígeno, cada uno de hidrocarburo aromático clorado e hidrocarburo clorado se oxida hasta monóxido de carbono y agua, se oxida el monóxido de carbono hasta dióxido de carbono, y se oxida el fosgeno hasta dióxido de carbono y cloro.

Mientras se usa oxígeno o aire como gas que contiene oxígeno, preferentemente la concentración de oxígeno es de al menos un 80 % en volumen, más preferentemente al menos un 90 % en volumen. Si la concentración de oxígeno es menor de un 80 % en volumen, se reduce la concentración de oxígeno en el gas principalmente formado por oxígeno que no ha reaccionado obtenido en la etapa de purificación, y puede ser necesario reducir la cantidad suministrada de este gas a la etapa de reacción en la etapa de circulación. El gas que contiene oxígeno en una concentración de al menos un 80 % en volumen se puede obtener por medio de un método industrial general tal como oscilación de presión o separación intensa de aire. Como componentes diferentes de ácido clorhídrico en el gas que contiene oxígeno, se puede mencionar nitrógeno (N₂), argón (Ar), etc.

Aunque la cantidad molar teórica de oxígeno con respecto a 1 mol de ácido clorhídrico sea de 0,25 moles, preferentemente el oxígeno se suministra en una cantidad que excede de la cantidad teórica, más preferentemente de 0,25 la 2 moles con respecto a 1 mol de ácido clorhídrico. El grado de conversión de ácido clorhídrico se puede reducir si la cantidad de oxígeno es excesivamente pequeña, aunque puede resultar difícil separar el cloro formado y el oxígeno que no ha reaccionado uno de otro si la cantidad de oxígeno es excesivamente grande.

En la oxidación de ácido clorhídrico con oxígeno, preferentemente se emplea un catalizador donde óxido de rutenio se encuentra sobre un soporte de óxido metálico. El catalizador donde óxido de rutenio se encuentra sobre un soporte de óxido metálico se introduce de este modo en un reactor de lecho fijo donde se puede reducir la influencia de un veneno catalítico. Además, el óxido de rutenio se emplea de modo que se pueda producir cloro a una temperatura ventajosa en equilibrio sin problemas de obstrucción de tuberías o similares, que son el resultado de la evaporación o dispersión del componente catalítico y sin requerir una etapa de tratamiento del componente catalítico evaporado o dispersado, de modo que se puedan simplificar las etapas de recuperación del ácido clorhídrico que no ha reaccionado y agua, separación de cloro y oxígeno que no ha reaccionado uno de otro y suministro de oxígeno que no ha reaccionado a la etapa de reacción, y además se reduce el coste de instalación y el coste de operación.

Preferentemente, el contenido de óxido de rutenio en el catalizador es de un 0,1 a un 20 % en peso. Esto es porque la actividad catalítica es baja y el grado de conversión de ácido clorhídrico tiende a rebajarse si el contenido de óxido de rutenio en el catalizador es menor de un 0,1 % en peso, y debido a que el precio de catalizador tiende a aumentar si el contenido de óxido de rutenio en el catalizador supera un 20 % en peso.

El diámetro de partícula del óxido de rutenio, sin estar particularmente limitado, está preferentemente dentro del intervalo de 1 a 10 nm. Dicho diámetro de partícula de óxido de rutenio indica un valor medido por medio de observación con un microscopio electrónico, por ejemplo.

Como soporte de óxido metálico de catalizador de la presente invención, se puede mencionar un soporte formado por un óxido metálico tal como γ -alúmina, α -alúmina, titanía de rutilo, titanía de anatasa, sílice o circonia, por ejemplo. En particular, se emplea preferentemente un soporte de óxido metálico formado por alúmina o titanía cuya actividad de reacción sea elevada y resulte difícil de reducir.

Más específicamente, se puede mencionar un catalizador de óxido de rutenio de soporte o un catalizador de óxido compuesto de óxido de rutenio que tiene un contenido de óxido de rutenio de un 1 a un 20 % en peso con un diámetro central de óxido de rutenio de 1,0 a 10,0 nm descrito en la Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N° 10-338502 (que corresponde al documento DE 19748299A y al documento CN 1182717A) como catalizador particularmente preferido de la presente invención, mientras que el catalizador no se encuentra particularmente limitado a esto.

Se emplea el catalizador en forma granular esférica, forma de microgránulo columnar, forma sometida a extrusión, forma de anillo, forma de nido de abeja o forma granular de tamaño apropiado pulverizado/clasificado tras el moldeo. En este caso, preferentemente el diámetro de catalizador no es más de 5 mm. Esto es porque se puede reducir la actividad si el diámetro de catalizador supera 5 mm. Aunque el límite inferior del diámetro de catalizador no esté particularmente limitado, generalmente se emplea un catalizador que tenga un diámetro de al menos 0,5 mm ya que aumenta la pérdida de presión en el lecho fijo de catalizador en caso de reducir de forma excesiva el diámetro de catalizador. El diámetro de catalizador indica el diámetro de las esferas con forma granular esférica, el diámetro de las secciones con forma de microgránulo columnar, o el diámetro máximo de las secciones de cada una de las formas restantes.

Se aplicó un sistema de circulación de fase gas de lecho fijo que emplea un reactor de lecho fijo como sistema de reacción. Por ejemplo, se puede emplear un reactor que lleve a cabo un control de temperatura de al menos dos zonas de reacción incluido en las zonas de reacción del sistema de intercambio de calor por medio de un método descrito en la Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N° 2000-272907 (que corresponde al documento EP 1170250A), como reactor de lecho fijo de la presente invención. En dicho reactor que divide las zonas de reacción en al menos dos, se pueden evitar sustancialmente los problemas por medio de la preparación de dos zonas de reacción de primera etapa y alternativamente por medio de oscilación y uso de las primeras etapas antes de que se produzca el envenenamiento de la segunda y posteriores etapas. No obstante, existe un aspecto tal que resulte desventajoso preparar dos reactores con precio elevado a la vista del coste.

Como reactor de lecho fijo, se puede mencionar un reactor formado por un tubo de reacción sencillo o una pluralidad de tubos de reacción de lecho fijo acoplados con una camisa proporcionada sobre el(los) lado(s) externo(s) del(de los) tubo(s) de reacción. Se controla la temperatura del(de los) tubo(s) de reacción gracias a un medio de calentamiento de la camisa. Se puede recuperar el calor de reacción que resulta de las reacciones por medio de la generación de vapor a través del medio de calentamiento. A pesar de la sal fundida, se puede mencionar un medio de calentamiento orgánico o metal fundido como medio de calentamiento, aunque se prefiere la sal fundida a la vista de la estabilidad térmica y la facilidad de manipulación. Como composición de la sal fundida, se puede mencionar una mezcla de un 50 % en peso de nitrato de potasio y un 50 % en peso de nitrito de sodio o una mezcla de un 53 % en peso de nitrato de potasio, un 40 % en peso de nitrito de sodio y un 7 % en peso de nitrato de sodio. Se puede mencionar metal, vidrio o cerámica como material usado para el(los) tubo(s) de reacción. Además de Ni, se pueden mencionar SUS316L, SUS310, SUS304, Hastelloy B, Hastelloy C o Inconel como material metálico, aunque se prefiere Ni entre estos, y se prefiere de forma particular Ni que tenga un contenido de carbono de no más de un 0,02 % en peso.

En el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención, preferentemente el contenido de azufre en la entrada del reactor es de no más de 1000 ppb en volumen, más preferentemente no más de 500 ppb en volumen. Esto es debido a que, si la concentración de azufre en la entrada del reactor supera 1000 ppb en volumen, se puede evitar el envenenamiento de azufre cambiando no todo el catalizador sino únicamente la parte envenenada de catalizador, aunque se deba detener la operación de la planta durante el cambio y pueda resultar necesaria una operación extremadamente complicada. De acuerdo con la presente invención, la concentración de azufre en la entrada del reactor se puede reducir al grado anteriormente mencionado por medio de la reducción de la cantidad de componente sulfúrico presente en el monóxido de carbono que sirve como materia prima para el fosgeno empleado para la síntesis del isocianato hasta 2000 ppb en volumen. En la presente invención, se puede operar el reactor sustancialmente sin problemas y se permite una concentración de azufre notablemente elevada en comparación con la técnica anterior si la concentración de azufre a la entrada del reactor no es mayor de 1000 ppb en volumen, de modo que se pueda retirar por completo el componente sulfúrico con un aparato a gran escala u operación complicada. Por tanto, se puede continuar la operación durante un periodo largo sin recargar el catalizador. Esta concentración de azufre a la entrada del reactor se puede medir por medio de cromatografía de gases, por ejemplo.

[2] Etapa de Absorción

Esta es una etapa de obtención de un gas formado principalmente por cloro y oxígeno que no ha reaccionado poniendo en contacto el gas principalmente formado por agua, ácido clorhídrico que no ha reaccionado y oxígeno que no ha reaccionado obtenido en la etapa de reacción con agua y/o agua de ácido clorhídrico y/o enfriando el mismo, recuperando de este modo una disolución principalmente formada por ácido clorhídrico y agua. Esta etapa se lleva a cabo a una temperatura de contacto de 0 a 100 °C con una presión de 0,05 a 1 MPa. Preferentemente, la concentración de agua de ácido clorhídrico que se pone en contacto no es mayor de un 25 % en peso. Preferentemente, se emplea un método de la Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N° 2003-261306, con el fin de evitar la deposición de un hidrato de cloro.

Se puede emplear la disolución obtenida para ajustar el pH de un baño electrolítico, la neutralización de agua de caldera o la reacción de condensación/transferencia entre anilina y formalina, como materia prima para la electrólisis de agua de ácido fluorhídrico o para la adición de alimentación como tal o tras la retirada de cloro presente en la disolución por medio de calentamiento y/o borboteo de gas inactivo tal como nitrógeno. También es posible obtener gas de HCl por medio de la separación parcial o completa de ácido clorhídrico y mejorando el rendimiento de cloro como materia prima como se describe en la Figura 3.173, p. 315 de Soda Handbook 1998, o para fijar el rendimiento de cloro sustancialmente en un 100 % por medio de la retirada de agua del ácido clorhídrico residual tras dicha separación por medio del método descrito en la Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N° 2001-139305 (que corresponde al documento EP1099666A).

[3] Etapa de Secado

Esta es una etapa de obtención de gas deshidratado por medio de la retirada de humedad del gas obtenido en la etapa de absorción.

El contenido de humedad del gas tras la etapa de secado no es mayor de 0,5 mg/l, preferentemente no más de 0,1 mg/l. Aunque se pueden mencionar ácido sulfúrico, cloruro de calcio, perclorato de magnesio o zeolita como compuesto que retira la humedad del gas, se prefiere el ácido sulfúrico en particular ya que se puede descargar de forma sencilla tras el uso. Como método de retirada de la humedad del gas, se puede mencionar un método de puesta en contacto del gas principalmente formado por cloro y oxígeno que no ha reaccionado obtenido en la etapa de absorción con ácido sulfúrico.

Preferentemente, la concentración de ácido sulfúrico añadido a la etapa es preferentemente de al menos un 90 % en peso. Si la concentración de ácido sulfúrico es menor de un 90 % en peso, puede ocurrir que la humedad retirada del gas no sea suficiente. Esta etapa se lleva a cabo a una temperatura de contacto de 0 a 80 °C con una presión de 0,05 a 1 MPa. Cuando se usa un agente de secado, preferentemente se retira ácido sulfúrico inmediatamente después de la etapa de secado. Por ejemplo, se puede aplicar un eliminador de bruma o un método descrito en la Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N° 2003-181235.

[4] Etapa de Purificación

Esta es una etapa de obtención de cloro por medio de separación del gas deshidratado obtenido en la etapa de secado en un líquido o gas principalmente formado por cloro y gas principalmente formado por oxígeno que no ha reaccionado. Como método de separación del gas para dar lugar al líquido o gas principalmente formado por cloro y el gas principalmente formado por oxígeno que no ha reaccionado, se puede mencionar un método para comprimir y/o enfriar el gas y/o un método bien conocido (Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N° 3-262514 (que corresponde al documento EP 458990A1) o la Publicación de Patente Nacional Gaceta N° 11-500954 (que corresponde al documento WO96/26784)). Por ejemplo, se separa el líquido formado principalmente por cloro a partir del gas formado principalmente por oxígeno que no ha reaccionado por medio de compresión y/o enfriamiento del gas obtenido en la etapa de secado. Se lleva a cabo la licuefacción de cloro en un intervalo tal que el cloro definido por la presión y la temperatura pueda existir en estado líquido. Aunque se reduzca la presión de compresión y además se pueda reducir la fuerza de compresión a medida que se reduce la temperatura en este intervalo, se deciden industrialmente la presión de compresión y la temperatura de enfriamiento tomando en consideración la condición económica óptima en este intervalo debido a un problema de instalaciones o similar. En la operación general, esta etapa se lleva a cabo con una presión de compresión de licuefacción de cloro de 0,5 a 5 MPa y una temperatura de enfriamiento de -70 a 40 °C.

El líquido obtenido principalmente formado por cloro se puede emplear como materia prima para cloruro de vinilo o fosgeno como tal o después de evaporación parcial o completa. Cuando se emplea el líquido después de que se haya evaporado parcial o totalmente, es posible reducir la carga de enfriamiento que resulta de un proceso de enfriamiento externo para la licuefacción de cloro en el gas obtenido en la etapa de secado de forma simultánea con la obtención de parte del calor necesario para la evaporación, llevando a cabo un intercambio de calor del gas obtenido en la etapa de secado. Similarmente, también se puede emplear el líquido para el enfriamiento preliminar de flon líquido, o para el enfriamiento o condensación de un líquido circulante en una columna de destilación de cloro.

En el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención, preferentemente se reutiliza el oxígeno que no ha reaccionado en la oxidación del ácido clorhídrico tras el lavado como parte de la materia prima para la oxidación de ácido clorhídrico. En otras palabras, se suministran parcial o completamente el líquido o gas principalmente formado por cloro y el gas principalmente formado por oxígeno que no ha reaccionado tras la separación a la etapa de reacción en la etapa de purificación anteriormente mencionada en el ejemplo que se muestra en la Figura 2. De este modo, se puede reducir de manera ventajosa la tasa de consumo de oxígeno. Este lavado del oxígeno que no ha reaccionado no está particularmente limitado, sino que se puede llevar a cabo de forma apropiada con una columna de lavado, como se sabe bien en la técnica.

El contenido de azufre en el cloro producido en el proceso de acuerdo con la invención es preferentemente no mayor de 1000 ppb en volumen, más preferentemente no mayor de 500 ppb en volumen. Si el contenido de azufre en el cloro excede de 1000 ppb en volumen, el componente sulfúrico se puede mezclar en el proceso de síntesis de isocianato y reciclar de nuevo al proceso de oxidación del ácido clorhídrico. Este contenido de azufre en el cloro indica un valor medio por medio de recogida del componente sulfúrico en agua y posteriormente análisis del líquido recogido por medio de cromatografía iónica, por ejemplo. Dicho cloro obtenido en la presente invención se usa preferentemente como parte y/o la totalidad de materia prima para el fosgeno usado para la síntesis anteriormente mencionada de isocianato. De este modo, la vida del catalizador en el proceso de oxidación del ácido clorhídrico se puede mejorar de forma ventajosa.

5

10

Aplicabilidad industrial

En el proceso de producción de cloro de acuerdo con la presente invención, se puede reducir notablemente el contenido de azufre en el ácido clorhídrico que es un sub-producto de síntesis de isocianato sin llevar a cabo absorción de agua y separación del ácido clorhídrico, de modo que se pueda llevar a cabo la producción de cloro por medio de oxidación de ácido clorhídrico de forma estable durante un periodo largo.

15

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para producir cloro, que comprende hacer reaccionar cloro con monóxido de carbono para producir fosgeno, hacer reaccionar el fosgeno con un amina primaria para producir isocianato y ácido clorhídrico como sub-producto, y oxidar el ácido clorhídrico a través de una reacción catalítica en fase gas en presencia de un catalizador, donde el contenido de azufre en el monóxido de carbono empleado como materia prima para el fosgeno se fija en no más que 2000 ppb en volumen, y donde el proceso para producir cloro se lleva a cabo sin que tenga lugar la absorción de agua y la separación del ácido clorhídrico que es un sub-producto de la producción de isocianato.
- 10 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde se reutiliza oxígeno que no ha reaccionado en la oxidación de ácido clorhídrico tras el lavado como parte de la materia prima para la oxidación de ácido clorhídrico.
- 15 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde se fija un contenido de azufre en el cloro producido por oxidación de ácido clorhídrico de no más de 1000 ppb en volumen, y se usa el cloro como parte y/o la totalidad de las materias primas para el fosgeno.
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde el contenido de azufre en el monóxido de carbono empleado como materia prima para el fosgeno se fija en no más de 1000 ppb en volumen.

20

FIG.1

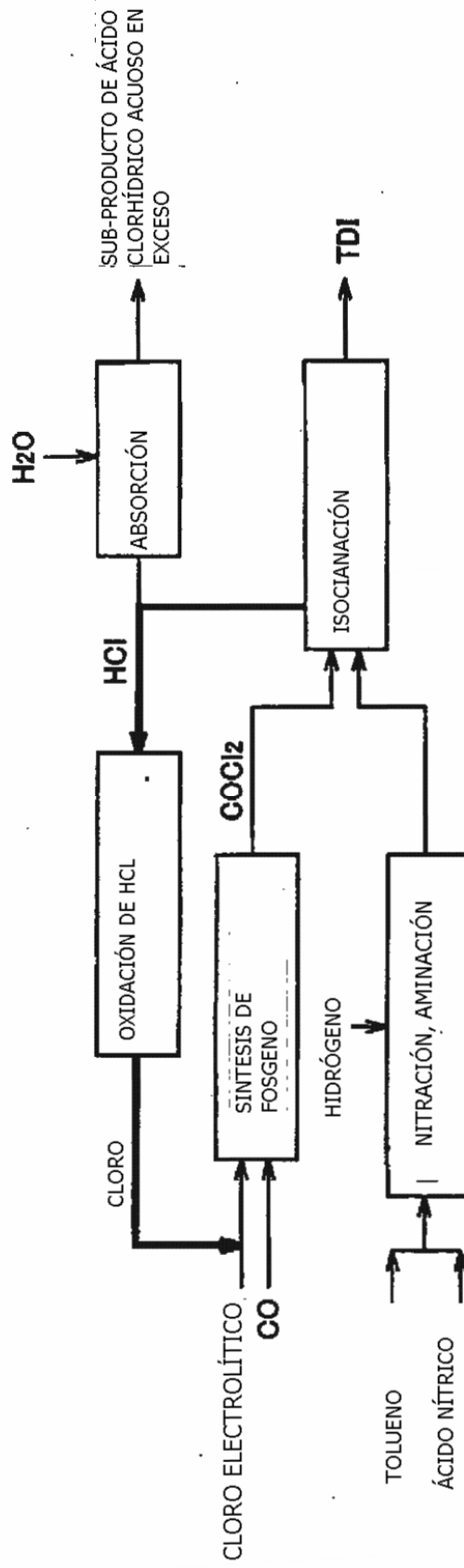


FIG.2

