

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 659 843**

51 Int. Cl.:

<b>C01B 7/07</b>	(2006.01)
<b>B01D 53/68</b>	(2006.01)
<b>C07C 17/20</b>	(2006.01)
<b>B01D 53/04</b>	(2006.01)
<b>B01D 53/78</b>	(2006.01)
<b>B01D 53/86</b>	(2006.01)
<b>C07C 17/25</b>	(2006.01)
<b>C07C 17/395</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.11.2014 PCT/FR2014/052868**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **04.06.2015 WO15079137**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.11.2014 E 14809480 (8)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.01.2018 EP 3074342**

54 Título: **Procedimiento de purificación de ácido clorhídrico**

30 Prioridad:

**28.11.2013 FR 1361736**

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

**19.03.2018**

73 Titular/es:

**ARKEMA FRANCE (100.0%)  
420, rue d'Estienne d'Orves  
92700 Colombes, FR**

72 Inventor/es:

**COLLIER, BERTRAND;  
DEUR-BERT, DOMINIQUE;  
LACAMBRA, JOAQUIN y  
PIGAMO, ANNE**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 659 843 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 de purificación de ácido clorhídrico

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de purificación de ácido clorhídrico, así como a una instalación adaptada a la realización de este procedimiento. La invención se puede utilizar en particular en el marco del tratamiento de los efluentes resultantes de fluoración catalítica.

**Antecedentes técnicos**

10 Es conocida la producción de compuestos fluorados tales como los hidrofluorocarbonos por fluoración de compuestos clorados tales como los hidroclorocarbonos, principalmente. De forma general, esta fluoración es una fluoración catalítica que utiliza el ácido fluorhídrico (HF) como agente fluorante.

Durante este tipo de reacción, se coproduce ácido clorhídrico (HCl). Es conocida la separación del HCl de los otros gases producidos por medio de una columna de destilación, y luego la absorción del HCl en una columna de absorción adiabática para generar una disolución de HCl de tipo comercial.

15 El documento FR 1507252 describe unas etapas de tratamiento sobre carbón activo, a alta temperatura y en presencia de agua, y lavado con ácido clorhídrico acuoso concentrado.

El documento US 3.353.911 describe la purificación de una mezcla gaseosa HF/HCl mediante la puesta en contacto con una disolución absorbente, que es una disolución saturada de ácido bórico.

Sin embargo, las técnicas conocidas de purificación del ácido clorhídrico no permiten, en algunos casos, alcanzar la pureza de HCl requerida.

20 Existe por lo tanto la necesidad de proporcionar un procedimiento mejorado de purificación del ácido clorhídrico en un flujo gaseoso.

**Resumen de la invención**

25 La invención se refiere en primer lugar a un procedimiento de tratamiento de un flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados, en el que el flujo gaseoso se somete sucesivamente a:

- una etapa de hidrólisis de los compuestos fluoro-oxigenados;
- una etapa de lavado con una disolución ácida;
- una etapa de adsorción de impurezas con carbón activo;
- una etapa de absorción adiabática o isoterma del ácido clorhídrico en una disolución acuosa, que permita recoger una disolución de ácido clorhídrico.

30 Según un modo de realización, la etapa de hidrólisis catalítica se efectúa sobre un lecho de carbón activo.

Según un modo de realización, la disolución ácida utilizada durante la etapa de lavado es una disolución de ácido clorhídrico y preferentemente proviene de la disolución de ácido clorhídrico recogida a la salida de la etapa de absorción adiabática o isoterma.

35 Según un modo de realización, el procedimiento comprende además:

- una etapa de puesta en contacto de la disolución de ácido clorhídrico con un gel de sílice.

40 Según un modo de realización, los compuestos fluoro-oxigenados comprenden difluoruro de carbonilo, clorofluorocarbonilo, fluoruro de trifluoroacetilo y/o ácido trifluoroacético; y preferentemente el flujo gaseoso comprende al menos 50 mg/l, principalmente al menos 100 mg/l, incluso al menos 200 mg/l de fluoruro de trifluoroacetilo y/o ácido trifluoroacético.

Según un modo de realización, se añade ácido bórico a la disolución utilizada para la etapa de lavado.

Según un modo de realización, el flujo gaseoso es un flujo resultante de una reacción de fluoración catalítica de al menos un compuesto clorado en al menos un compuesto fluorado, siendo preferentemente recogido dicho flujo a la salida de una destilación de un flujo de productos de la reacción de fluoración catalítica.

45 Según un modo de realización, la reacción de fluoración catalítica se efectúa en presencia de oxígeno.

Según un modo de realización:

- 5 - el compuesto clorado es un clorocarbono, un hidroclocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclocorfluorocarbono, una cloroolefina, una hidroclocoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclocorfluoroolefina; y el compuesto fluorado es un fluorocarbono, un hidroclocorfluorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclocorfluorocarbono, una fluoroolefina, una hidroclocorfluoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclocorfluoroolefina;
- 10 - preferentemente el compuesto clorado se elige entre el 1,1,2-tricloroetano, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano, el 1,1,1,3,3-pentacloropropano, el 1,1,2,2,3-pentacloropropano, el 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano, el percloroetileno, el 1,2-dicloroetileno, el 1,1,2,3-tetracloropropano, el 2,3,3,3-tetracloropropano, el 1,1,3,3-tetracloropropano, el 1,3,3,3-tetracloropropano, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropano, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropano y sus mezclas; y
- 15 - preferentemente el compuesto fluorado se elige entre el pentafluoroetano, el 1-cloro,2,2-difluoroetano, el 1,3,3,3-tetrafluoropropano, el 2,3,3,3-tetrafluoropropano, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropano, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropano y sus mezclas.

La invención también se refiere a un procedimiento de preparación de un compuesto fluorado que comprende:

- proporcionar un compuesto clorado y ácido fluorhídrico;
- realizar la reacción catalítica del compuesto clorado con ácido fluorhídrico y recoger un flujo de productos brutos;
- 20 - separar el flujo de productos brutos, preferentemente por destilación, permitiendo recuperar por una parte un flujo de compuesto fluorado, y por otra parte un flujo gaseoso que contiene principalmente ácido clorhídrico, así como cantidades minoritarias de ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados;
- tratar el flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados tal como se describe anteriormente.

25 Según un modo de realización, la reacción catalítica se lleva a cabo en presencia de oxígeno.

Según un modo de realización:

- 30 - el compuesto clorado es un clorocarbono, un hidroclocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclocorfluorocarbono, una cloroolefina, una hidroclocoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclocorfluoroolefina; y el compuesto fluorado es un fluorocarbono, un hidroclocorfluorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclocorfluorocarbono, una fluoroolefina, una hidroclocorfluoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclocorfluoroolefina;
- 35 - preferentemente el compuesto clorado se elige entre el 1,1,2-tricloroetano, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano, el 1,1,1,3,3-pentacloropropano, el 1,1,2,2,3-pentacloropropano, el 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano, el percloroetileno, el 1,2-dicloroetileno, el 1,1,2,3-tetracloropropano, el 2,3,3,3-tetracloropropano, el 1,1,3,3-tetracloropropano, el 1,3,3,3-tetracloropropano, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropano, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropano y sus mezclas; y
- preferentemente el compuesto fluorado se elige entre el pentafluoroetano, el 1-cloro,2,2-difluoroetano, el 1,3,3,3-tetrafluoropropano, el 2,3,3,3-tetrafluoropropano, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropano, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropano y sus mezclas.

40 La invención también se refiere a una instalación de tratamiento de un flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados, que comprende:

- una conducción de admisión de flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados, que alimenta una unidad de hidrólisis catalítica;
- 45 - una unidad de lavado, alimentada por una parte por una conducción de recogida de flujo gaseoso hidrolizado procedente de la unidad de hidrólisis catalítica, y por otra parte por una conducción de admisión de disolución de ácido;
- una unidad de adsorción de impurezas, que comprende un lecho de carbón activo, alimentada por una conducción de recogida de flujo gaseoso lavado procedente de la unidad de lavado;

- una unidad de absorción adiabática o isoterma alimentada por una parte por una conducción de recogida de flujo purificado o isoterma procedente de la unidad de adsorción y por otra parte por una conducción de admisión de disolución acuosa;
- una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico a la salida de la unidad de absorción adiabática o isoterma.

5

Según un modo de realización, la unidad de hidrólisis catalítica comprende un lecho de carbón activo.

Según un modo de realización, la conducción de admisión de disolución de ácido procede directamente o no de la conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico.

Según un modo de realización, la instalación comprende además:

- una unidad de adsorción complementaria que comprende un gel de sílice, alimentada por una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico; y
- una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico purificada procedente de la unidad de adsorción suplementaria.

10

Según un modo de realización, la instalación comprende un aporte de disolución de ácido bórico a la unidad de lavado.

15

Según un modo de realización, la conducción de admisión de flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados procede de una unidad de destilación; estando alimentada la unidad de destilación preferentemente por una conducción de recogida de productos brutos a la salida de un reactor catalítico.

20

Según un modo de realización, el reactor catalítico es alimentado por una conducción de admisión de compuesto clorado y una conducción de admisión de ácido fluorhídrico, y la conducción de recogida de productos brutos transporta un flujo que comprende un compuesto fluorado, y preferentemente:

25

- el compuesto clorado es un clorocarbono, un hidroclocorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclocorofluorocarbono, una cloroolefina, una hidroclocoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclocorofluoroolefina; y el compuesto fluorado es un fluorocarbono, un hidroflocorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclocorofluorocarbono, una fluoroolefina, una hidroflocoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclocorofluoroolefina;

30

- más particularmente el compuesto clorado se elige entre el 1,1,2-tricloroetano, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano, el 1,1,1,3,3-pentacloropropano, el 1,1,2,2,3-pentacloropropano, el 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano, el percloroetileno, el 1,2-dicloroetileno, el 1,1,2,3-tetracloropropeno, el 2,3,3,3-tetracloropropeno, el 1,1,3,3-tetracloropropeno, el 1,3,3,3-tetracloropropeno, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno y sus mezclas; y

- más particularmente el compuesto fluorado se elige entre el pentafluoroetano, el 1-cloro,2,2-difluoroetano, el 1,3,3,3-tetrafluoropropeno, el 2,3,3,3-tetrafluoropropeno, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno y sus mezclas.

35

Según un modo de realización, la instalación comprende un aporte de oxígeno hacia el reactor catalítico.

La presente invención permite superar los inconvenientes del estado de la técnica. Más particularmente, proporciona un procedimiento mejorado de purificación del ácido clorhídrico en un flujo gaseoso.

40

Esto se consigue mediante la realización de tres etapas de tratamiento sucesivas del flujo gaseoso, es decir una etapa de hidrólisis catalítica, una etapa de lavado y una etapa de adsorción sobre carbón activo, y ello antes de la etapa de absorción adiabática o isoterma generando una disolución de ácido clorhídrico concentrada.

La invención se basa en la identificación por los presentes inventores de que el HCl gaseoso recuperado en la cabeza de la columna de destilación puede estar contaminado por una pequeña cantidad de HF libre (arrastrado debido a azeótropos con compuestos fluorados ligeros) pero también por compuestos fluoro-oxigenados, tales como el difluoruro de carbonilo (COF<sub>2</sub>), el clorofluoruro de carbonilo (COFCl) y el fluoruro de trifluoroacetilo (CF<sub>3</sub>COF).

45

Estos compuestos se generan en particular cuando el flujo gaseoso que se va a tratar resulta de una reacción de fluoración llevada a cabo en presencia de oxígeno.

50

Estos compuestos son muy tóxicos y son hidrolizables. Por lo tanto, son susceptibles de liberar el HF principalmente durante la etapa de absorción adiabática o isoterma en agua, contaminando así la disolución de HCl obtenida con HF. Además, el fluoruro de trifluoroacetilo genera ácido trifluoroacético (o TFA) durante su hidrólisis, compuesto que es nocivo.

La invención permite separar el HCl del HF con el que está mezclado, pero también separarles de los compuestos fluoro-oxigenados mencionados anteriormente.

- 5 La invención se basa también en la identificación por los presentes inventores de que el HCl gaseoso recuperado en la cabeza de la columna de destilación puede estar contaminado por compuestos orgánicos ligeros. La invención permite también eliminar estos compuestos orgánicos ligeros de forma satisfactoria durante el tratamiento.

### Breve descripción de las figuras

La figura 1 representa de forma esquemática un modo de realización de una instalación según la invención.

### Descripción de modos de realización de la invención

La invención se describe ahora más en detalle y de forma no limitativa en la descripción siguiente.

- 10 La invención se aplica en particular al tratamiento de un flujo gaseoso resultante de una reacción de fluoración catalítica de al menos un compuesto clorado en al menos un compuesto fluorado. El flujo gaseoso tratado según la invención puede ser directamente el flujo gaseoso de productos resultantes del reactor, o más preferentemente un flujo resultante de una destilación (llevada a cabo en una columna de destilación o en una serie de varias columnas de destilación sucesivas) a la salida de la fluoración catalítica. En este caso, el flujo gaseoso que se va a tratar según la invención se ha separado de forma previa esencialmente del compuesto fluorado y/o del compuesto clorado que no ha reaccionado y/o de los productos secundarios de la reacción.

El flujo gaseoso que se va a tratar según la invención contiene preferentemente de forma mayoritaria HCl, con cantidades minoritarias de contaminantes tales como el HF y los compuestos fluoro-oxigenados mencionados anteriormente (y principalmente fluoruro de trifluoroacetilo).

- 20 Por compuesto clorado (que representa el reactivo principal de la reacción de fluoración catalítica), se entiende un compuesto orgánico que comprende uno o varios átomos de cloro, y por compuesto fluorado (que representa el producto deseado de la reacción de fluoración catalítica), se entiende un compuesto orgánico que comprende uno o varios átomos de flúor.

- 25 Se entiende que el compuesto clorado puede comprender uno o varios átomos de flúor, y que el compuesto fluorado puede comprender uno o varios átomos de cloro. De forma general, el número de átomos de cloro del compuesto fluorado es inferior al número de átomos de cloro del compuesto clorado; y el número de átomos de flúor del compuesto fluorado es superior al número de átomos de flúor del compuesto clorado.

El compuesto clorado puede ser un alcano o un alqueno que tenga eventualmente sustituyentes elegidos entre F, Cl, I y Br (preferentemente entre F y Cl), y que comprenda al menos un sustituyente Cl.

- 30 El compuesto fluorado puede ser un alcano o un alqueno que tenga eventualmente sustituyentes elegidos entre F, Cl, I y Br (preferentemente entre F y Cl), y que comprenda al menos un sustituyente F.

- 35 El compuesto clorado puede ser principalmente un alcano con uno o varios sustituyentes cloro (hidroclorocarbono o clorocarbono) o un alcano con uno o varios sustituyentes cloro y flúor (hidroclorofluorocarbono o clorofluorocarbono) o un alqueno con uno o varios sustituyentes cloro (cloroolefina o hidrocloroolefina) o un alqueno con uno o varios sustituyentes cloro y flúor (hidroclorofluoroolefina o clorofluoroolefina).

El compuesto fluorado puede ser principalmente un alcano con uno o varios sustituyentes flúor (fluorocarbono o hidrofurocarbono) o un alcano con uno o varios sustituyentes cloro y flúor (hidroclorofluorocarbono o clorofluorocarbono) o un alqueno con uno o varios sustituyentes flúor (fluorocarbono o hidrofuroolefina) o un alqueno con uno o varios sustituyentes cloro y flúor (hidroclorofluoroolefina o clorofluoroolefina).

- 40 El compuesto clorado y el compuesto fluorado pueden ser lineales o ramificados, preferentemente lineales.

Según un modo de realización, el compuesto clorado y el compuesto fluorado comprenden un solo átomo de carbono.

Según un modo de realización, el compuesto clorado y el compuesto fluorado comprenden dos átomos de carbono.

Según un modo de realización, el compuesto clorado y el compuesto fluorado comprenden tres átomos de carbono.

- 45 Según un modo de realización, el compuesto clorado y el compuesto fluorado comprenden cuatro átomos de carbono.

Según un modo de realización, el compuesto clorado y el compuesto fluorado comprenden cinco átomos de carbono.

La invención se aplica principalmente en las siguientes reacciones de fluoración:

- fluoración del percloroetileno (PER) en pentafluoroetano (HFC-125);
- fluoración del 1,1,1,2,3-pentacloropropano (HCC-240db) en 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233xf);
- fluoración del 1,1,1,2,3-pentacloropropano (HCC-240db) en 2,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234yf);
- fluoración del 1,1,1,3,3-pentacloropropano (HCC-240fa) en 1,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234ze);
- 5 - fluoración del 1,1,1,3,3-pentacloropropano (HCC-240fa) en 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233zd);
- fluoración del 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233xf) en 2,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234yf);
- fluoración del 1,1,2,2,3-pentacloropropano (HCC-240aa) en 2,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234yf);
- fluoración del 1,1,2,2,3-pentacloropropano (HCC-240aa) en 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233xf);
- 10 - fluoración del 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano (HCFC-243db) en 2,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234yf);
- fluoración del 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano (HCFC-243db) en 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233zd);
- fluoración del 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano (HCFC-243db) en 1,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234ze);
- 15 - fluoración del 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano (HCFC-243db) en 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233xf);
- fluoración del 1,1,2,3-tetracloropropano (HCO-1230xa) en 2,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234yf);
- fluoración del 1,1,2,3-tetracloropropano (HCO-1230xa) en 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233xf);
- fluoración del 2,3,3,3-tetracloropropano (HCO-1230xf) en 2,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234yf);
- 20 - fluoración del 2,3,3,3-tetracloropropano (HCO-1230xf) en 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233xf);
- fluoración del 1,1,3,3-tetracloropropano (HCO-1230za) en 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233zd);
- fluoración del 1,1,3,3-tetracloropropano (HCO-1230za) en 1,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234ze);
- fluoración del 1,3,3,3-tetracloropropano (HCO-1230zd) en 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233zd);
- fluoración del 1,3,3,3-tetracloropropano (HCO-1230zd) en 1,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234ze);
- 25 - fluoración del 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno (HCFO-1233zd) en 1,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234ze);
- fluoración del 1,1,2-tricloroetano en 1-cloro-2,2-difluoroetano (HCFC-142);
- fluoración del 1,2-dicloroetano en 1-cloro-2,2-difluoroetano (HCFC-142);

30 La conversión del compuesto clorado en compuesto fluorado puede ser una conversión directa (con una sola etapa de reacción o con un solo conjunto de condiciones de reacción) o una conversión indirecta (con dos o más de dos etapas de reacción o utilizando dos o más de dos conjuntos de condiciones de reacción).

La reacción de fluoración se puede realizar:

- con una relación molar HF/compuesto clorado de 3:1 a 150:1, preferentemente de 4:1 a 100:1 y de forma más particularmente preferida de 5:1 a 50:1;
- 35 - con un tiempo de contacto de 1 a 100 s, preferentemente de 1 a 50 s y más particularmente de 2 a 40 s (volumen de catalizador dividido por el flujo entrante total, ajustado a la temperatura y a la presión de funcionamiento);
- a una presión absoluta que va de 0,1 a 50 bares, preferentemente de 0,3 a 15 bares;
- a una temperatura (temperatura del lecho de catalizador) de 100 a 500°C, preferentemente de 200 a 450°C, y más particularmente de 300 a 400°C.

40 Con el fin de evitar una desactivación rápida del catalizador durante la reacción, se puede añadir un agente de oxidación (por ejemplo oxígeno o cloro), por ejemplo en una relación molar agente de oxidación/compuestos

orgánicos de 0,005 a 2, preferentemente de 0,01 a 1,5. Se puede utilizar por ejemplo un flujo de oxígeno puro o de cloro puro, o una mezcla de oxígeno/nitrógeno o cloro/nitrógeno.

5 De forma preferida, se utiliza un flujo que contiene oxígeno para llevar a cabo la fluoración (esta utilización implicará correlativamente la aparición en el flujo de productos contaminantes tales como el fluoruro de trifluoroacetilo y los derivados fluorados del fosgeno).

10 El catalizador utilizado puede ser por ejemplo a base de un metal que comprende un óxido de metal de transición o un derivado o un halogenuro o un oxihalogenuro de dicho metal. Se pueden citar por ejemplo el  $\text{FeCl}_3$ , el oxifluoruro de cromo, los óxidos de cromo (eventualmente sometidos a tratamientos de fluoración), los fluoruros de cromo y sus mezclas. Otros posibles catalizadores son los catalizadores soportados sobre carbono, los catalizadores a base de antimonio, los catalizadores a base de aluminio (por ejemplo  $\text{AlF}_3$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , el oxifluoruro de alúmina y el fluoruro de alúmina).

En general, se puede utilizar un oxifluoruro de cromo, un fluoruro o un oxifluoruro de aluminio, o un catalizador soportado o no que contiene un metal tal como el Cr, Ni, Fe, Zn, Ti, V, Zr, Mo, Ge, Sn, Pb, Mg y Sb.

15 A este respecto se puede hacer referencia al documento WO 2007/079431 (en p. 7, l.1-5 y 28-32), al documento EP 939071 (párrafo [0022]), al documento WO 2008/054781 (en p. 9 l.22-p. 10 l.34), y al documento WO 2008/040969 (reivindicación 1), a los que se hace referencia de forma expresa.

Antes de su utilización, el catalizador se somete preferentemente a una activación con aire, oxígeno o cloro y/o con HF.

20 Antes de su utilización, el catalizador se somete preferentemente a una activación con aire u oxígeno y HF a una temperatura de 100 a 500°C, preferentemente de 250 a 500°C y más particularmente de 300 a 400°C. La duración de activación preferentemente es de 1 a 200 horas y más particularmente de 1 a 50 horas.

Esta activación puede ir seguida de una etapa de activación de fluoración final en presencia de un agente de oxidación, de HF y de compuestos orgánicos.

25 La relación molar HF/compuestos orgánicos preferentemente es de 2 a 40 y la relación molar agente de oxidación/compuestos orgánicos preferentemente es de 0,04 a 25. La temperatura de la activación final preferentemente es de 300 a 400°C y su duración preferentemente es de 6 a 100 horas.

Preferentemente, el catalizador es a base de cromo y se trata más particularmente de un catalizador mixto que comprende cromo.

30 Según un modo de realización, se utiliza un catalizador mixto que comprende cromo y níquel. La relación molar Cr/Ni (sobre la base del elemento metálico) generalmente es de 0,5 a 5, por ejemplo de 0,7 a 2, por ejemplo de aproximadamente 1. El catalizador puede contener de 0,5 a 20% en peso de cromo, y de 0,5 a 20% en peso de níquel, preferentemente de 2 a 10% de cada.

El metal puede estar presente en forma metálica o en forma de derivado, por ejemplo un óxido, halogenuro u oxihalogenuro. Estos derivados se obtienen preferentemente por activación del metal catalítico.

35 El soporte se constituye preferentemente con aluminio, por ejemplo alúmina, alúmina activada o derivados de aluminio, tales como los halogenuros de aluminio y los oxihalogenuros de aluminio, por ejemplo descritos en el documento US 4.902.838, u obtenidos mediante el procedimiento de activación descrito anteriormente.

El catalizador puede comprender cromo y níquel en una forma activada o no, sobre un soporte que se ha sometido a una activación o no.

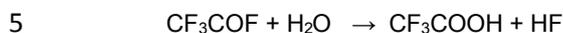
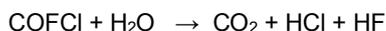
40 Se puede consultar el documento WO 2009/118628 (principalmente en p. 4, l.30-p. 7 l.16), al que se hace expresamente referencia en la presente memoria.

Otro modo de realización preferido se basa en un catalizador mixto que contiene cromo y al menos un elemento elegido entre Mg y Zn. La relación atómica de Mg o Zn/Cr es, preferentemente, de 0,01 a 5.

45 Haciendo ahora referencia a la figura 1, la instalación según la invención puede comprender tres unidades de tratamiento sucesivas, es decir una unidad de hidrólisis catalítica 2, una unidad de lavado 4 y una unidad de adsorción de impurezas 7, antes de una unidad de absorción adiabática o isoterma 9. Después de la unidad de absorción 9, está prevista de forma opcional una unidad de adsorción complementaria 13.

50 El flujo gaseoso que se va a tratar, que preferentemente constituye una parte de un flujo de productos de reacción de fluoración catalítica (separado por destilación), se lleva por una conducción de admisión de flujo gaseoso 1 a la unidad de hidrólisis catalítica 2.

En esta unidad de hidrólisis catalítica 2, se hidrolizan los compuestos fluoro-oxigenados del flujo gaseoso. Las principales reacciones de hidrólisis son las siguientes:



La unidad de hidrólisis catalítica 2 está provista de un lecho catalítico, que preferentemente es un lecho de carbón activo. La temperatura de la etapa de hidrólisis catalítica preferentemente es de 100 a 200°C, principalmente de 120 a 170°C, y más particularmente de 130 a 150°C. La presión es preferentemente de 0,5 a 3 barg, principalmente de 1 a 2 barg.

10 El tiempo de permanencia de las especies de interés en la unidad es preferentemente de 1 s a 1 minuto, principalmente de 2 s a 30 s, más particularmente de 4 s a 15 s, y muy particularmente de 5 s a 10 s.

La cantidad de agua en la mezcla sometida a hidrólisis catalítica se ajusta de forma que la relación molar del agua en relación a la suma de los compuestos fluoro-oxigenados sea superior a 1, preferentemente superior o igual a 2, o a 3, o a 4, o a 5, o a 6 o a 6,5. Se puede prever un aporte de agua si es necesario.

15 La tasa de hidrólisis (proporción molar de compuestos fluoro-oxigenados hidrolizados) es preferentemente superior a 90%, más particularmente superior a 95%, a 98%, a 99%, a 99,5%, a 99,9%, a 99,95% o a 99,99%.

A la salida de la unidad de hidrólisis catalítica 2, el flujo gaseoso se extrae en una conducción de recogida de flujo gaseoso hidrolizado 3. Éste alimenta una unidad de lavado 4. La unidad de lavado 4 puede ser una columna de platos, tal como una columna de platos perforados, o de campanas, o de compuertas o de tipo Dualflow®. También se puede tratar de una columna de relleno. El lavado del flujo gaseoso se efectúa preferentemente a contra corriente: el flujo gaseoso se alimenta en la base, y una disolución ácida se alimenta en la cabeza, mediante una conducción de admisión de disolución ácida 6.

20

A modo de disolución ácida, principalmente se puede utilizar una disolución de HCl, a una concentración másica que puede ir por ejemplo de 5 a 60%, principalmente de 10 a 50%, más preferentemente de 20 a 45% y en particular de 30 a 35%.

25

El lavado con la disolución ácida preferentemente se lleva a cabo a una temperatura de 5 a 50°C, y más particularmente de 7 a 40°C; y/o a una presión de 0,1 a 4 barg, preferentemente de 0,3 a 2 barg, más preferentemente de 0,5 a 1,5 barg.

La eficacia de absorción del HF y del TFA en la disolución ácida depende del número de platos teóricos instalados, de la tasa de reflujo y de la temperatura de la disolución de HCl concentrada. De forma general, el HF es más fácil de absorber que el TFA.

30

Una adición de ácido bórico en la fase del lavado con la disolución ácida permite la complexación de los iones fluoruro. Por ejemplo, la adición de 2.000 a 8.000 ppm de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> permite mejorar la eficacia de absorción y alcanzar contenidos de TFA en la disolución comercial de HCl inferior a 25 ppm. En otras palabras, esta disolución de adición de ácido bórico permite instalar una columna que presenta un número menor de pisos teóricos y que funciona con una tasa menor de reflujo, para obtener una misma eficacia de absorción de HF y de TFA en la disolución de HCl concentrada.

35

En la fase de lavado con la disolución ácida, la gran mayoría del HF y del TFA del flujo gaseoso pasa a la disolución y por lo tanto se elimina mediante una conducción de recogida de disolución ácida residual 15 en la base de la columna. Una hidrólisis complementaria de los compuestos fluoro-oxigenados eventualmente restantes en el flujo gaseoso puede tener lugar en la fase de lavado.

40

El flujo gaseoso lavado procedente de la unidad de lavado 4 se recupera mediante una conducción de recogida de flujo gaseoso lavado 5. Ésta alimenta una unidad de adsorción de impurezas 7, que comprende un lecho de carbón activo. Las impurezas adsorbidas por el lecho de carbón activo son en primer lugar compuestos orgánicos volátiles (COV).

45

En efecto, el HCl gaseoso puede ser contaminado por compuestos orgánicos ligeros arrastrados con él en cabeza de la destilación en contenidos muy bajos (o a más altos contenidos durante un desajuste de la destilación, por ejemplo). Estos compuestos orgánicos ligeros pueden comprender el trifluorometano (F23), el pentafluoroetano (F125), el cloropentafluoroetano (F115), el 1,1,1-trifluoroetano (F143a), el fluorometano (F41), el trifluoropropino, etc. Por ejemplo, el F125 y el F115 forman un azeótropo con el HCl.

50

La etapa de adsorción sobre lecho de carbón activo se puede llevar a cabo en los rangos de presión y de temperatura que ya se han indicado anteriormente en relación con la etapa de lavado con una disolución ácida.

A la salida de la unidad de adsorción de impurezas 7, el flujo gaseoso purificado se recupera en una conducción de recogida de flujo purificado 8, que se conecta a la entrada de una unidad de absorción adiabática o isoterma 9. La unidad de absorción 9, permite absorber el HCl del flujo gaseoso en una disolución acuosa, aportada por una conducción de admisión de disolución acuosa 10. Esta disolución acuosa puede ser simplemente agua desmineralizada, o alternativamente puede ser una disolución ácida.

Generalmente, la unidad de absorción 9 comprende una columna de puesta en contacto a contra corriente, siendo suministrada la disolución acuosa en la cabeza y el flujo gaseoso en la base.

Al ser exotérmica la reacción de absorción de HCl en agua, es preferible limitar la presión a la que se lleva a cabo esta operación. En general, la presión es inferior a 2 barg y preferentemente inferior a 1,5 barg. De esta forma la temperatura de absorción no excede de 130°C, y preferentemente 120°C. Para resistir a la corrosión, la columna puede ser de grafito o bien de acero revestido de politetrafluoroetileno (PTFE). Los interiores de la columna pueden ser por ejemplo bien de grafito o bien de polifluoruro de vinilideno (PVDF).

En cabeza se recoge un flujo gaseoso desacidificado, mediante una conducción de recogida de flujo gaseoso desacidificado 11. Este flujo puede ser bien expulsado a la atmósfera a través de una columna de seguridad de neutralización, bien enviado hacia un incinerador.

En la base se recoge una disolución de HCl, mediante una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico 12. La concentración másica de HCl en la disolución puede ser de 5 a 50%, preferentemente de 15 a 40%, y más particularmente de 30 a 35%. Una parte de esta disolución se puede utilizar como disolución de lavado en la unidad de lavado 4. En este caso, la conducción de admisión de disolución ácida 6 se puede conectar a la conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico 12. La proporción de disolución de HCl así utilizada para las necesidades del lavado puede representar de 2 a 15% en masa, preferentemente de 5 a 10%.

Si la pureza de la disolución de HCl recogida no es suficiente, y principalmente si el contenido de HF sigue siendo superior al nivel deseado, es posible proceder a otra etapa de tratamiento, es decir una etapa de adsorción en una unidad de adsorción complementaria 13, alimentada por una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico 12. Esta unidad de adsorción complementaria 13 puede comprender por ejemplo un gel de sílice.

La temperatura de la disolución de HCl también debe ser lo más baja posible, y por ejemplo inferior o igual a 35°C, ya que la adsorción sobre gel de sílice es exotérmica. Por encima de esta temperatura, la eficacia de adsorción disminuye fuertemente. El tiempo de contacto está comprendido entre algunos minutos y algunas horas (preferentemente entre 10 y 60 minutos). Las velocidades de paso son lentas y están comprendidas entre 1 y 20 m/h y preferentemente entre 3 y 10 m/h. La presión de funcionamiento es de algunos bares (de 1 a 7 barg y preferentemente de 1 a 5 barg). El gel de sílice comprende normalmente un tamaño de poros de 50 Å, mientras que los geles clásicos tienen en general tamaños de poros de 20 Å como máximo. El contenido de fluoruros de la disolución de HCl en entrada es de preferencia inferior o igual a 100 ppm para evitar cualquier riesgo de degradación del gel de sílice. Se trata por lo tanto de una operación de acabado. Después de esta etapa de adsorción complementaria sobre gel de sílice, es posible alcanzar contenidos de HF inferiores a 1 ppm en la disolución de HCl.

A la salida de la unidad de adsorción complementaria 13, se recupera una disolución de HCl purificada, en una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico purificada 14.

La disolución de HCl (o disolución de HCl purificada) recuperada a la salida del procedimiento de la invención se puede valorizar comercialmente.

Preferentemente, el contenido máximo de fluoruros en esta disolución de HCl (o disolución de HCl purificada) recuperada a la salida del procedimiento, es de 5 ppm, incluso de 1 ppm. El contenido máximo de compuestos orgánicos fluoro-oxigenados (y principalmente de TFA) puede ser por ejemplo de 25 ppm.

## EJEMPLOS

El montaje comprende un horno de hidrólisis alimentado con una bomba y equipado con un contador volumétrico de gas específico para los gases corrosivos que permite la medida del gas entrante. El horno también es alimentado con agua con una bomba adaptada al rango del caudal. El recinto interno del horno es de grafito (temperatura máxima de 200°C) y contiene un lecho de carbón activo. El horno utiliza un sistema de calefacción por inducción electromagnética generada por un inductor de cobre. Todos los materiales utilizados para la construcción del horno son compatibles con los gases corrosivos manipulados.

El flujo gaseoso resultante se envía a la base de una columna de platos. El flujo de ácido clorhídrico que se va a purificar también se puede enviar directamente a la columna de platos sin pasar por el horno de hidrólisis. Este dispositivo permite poner en evidencia las ventajas del horno de hidrólisis. La columna tiene una altura de 1,20 metro y cinco centímetros de diámetro. Comprende veinte platos perforados (200 perforaciones por plato, cada una de un diámetro de 1,75 mm). Con una altura media de 1 cm de líquido por plato, se llega a un volumen de retención teórico de 390 ml de líquido. La separación entre los platos es igual al diámetro de la columna. Cada plato comprende un

desagüe que permite la circulación del líquido hacia la base de la columna mientras que las perforaciones permiten el paso del gas hacia la cabeza de la columna. El material preferido para la columna es el PVDF. La columna se alimenta con ácido clorhídrico comercial 37% en peso que va a permitir lavar y purificar el gas anhidro después de su paso o no por el horno de hidrólisis.

- 5 El dispositivo se instala en derivación en un taller industrial de forma que se trate un gas real. El caudal de gas que se va a purificar en esta derivación es de aproximadamente 300 l/h. Este gas procede de una primera columna de destilación que tiene lugar después de la etapa de reacción catalítica de fluoración efectuada en fase gaseosa en presencia de oxígeno. En esta columna de destilación, el producto orgánico mayoritario se obtiene en la base de la columna mientras que el HCl anhidro (76% vol.) y el aire (23% vol.) se separan en cabeza de columna. Este flujo de HCl contiene también impurezas orgánicas fluoradas (1%), siendo las más molestas el CF<sub>3</sub>COF y COF<sub>2</sub>. Estas impurezas se recuperan a continuación en las disoluciones de ácido clorhídrico (en forma de fluoruro y/o de ácido trifluoroacético, denominado también TFA) después de su absorción y limitan la valorización de las disoluciones de ácido clorhídrico obtenidas. Las reacciones de hidrólisis consideradas son:



15 El análisis de las impurezas contenidas en el gas de ácido clorhídrico antes y después del tratamiento se efectúa por cromatografía iónica de una disolución acuosa en la que el gas se ha burbujeado durante un tiempo y con un caudal definido. La cromatografía iónica permite evaluar con precisión las cantidades de iones fluoruros e iones trifluoroacetato, CF<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>. Las tasas de impurezas se expresan en ppm en una disolución de ácido clorhídrico al 33% para facilitar las comparaciones.

20 *Ejemplo 1: sin utilización del horno de hidrólisis*

Se alimenta un caudal de 265 l/h del gas que se va a purificar que contiene mayoritariamente ácido clorhídrico anhidro en la base de la columna de lavado de platos perforados. Se alimentan 332 g/h de disolución de ácido clorhídrico líquido al 37% en cabeza de la columna para el lavado. Después de llenado y equilibrado de los platos, el ensayo se mantiene durante 5 horas. Los resultados obtenidos relativos al contenido de impurezas en el gas anhidro se recogen en la tabla 1.

25 *Ejemplo 2: con utilización del horno de hidrólisis*

Se alimenta un caudal de 295 l/h del gas que se va a purificar que contiene mayoritariamente ácido clorhídrico anhidro en el horno de hidrólisis. La temperatura del horno se mantiene a aproximadamente 100°C. El horno se alimenta con agua con un caudal de 83,5 g/h. El flujo gaseoso resultante se alimenta a continuación en la base de la columna de lavado de platos perforados. Se alimentan 244 g/h de disolución de ácido clorhídrico líquido al 37% en cabeza de columna para el lavado. Después de llenado y equilibrado de los platos, el ensayo se mantiene durante 4 horas 30 min. Los resultados obtenidos relativos al contenido de impurezas en el gas anhidro se recogen en la tabla 1.

ppm (peso)	Ejemplo 1		Ejemplo 2	
	Entrada de gas	Salida de gas	Entrada de gas	Salida de gas
TFA/HCl 33%	2.766	1.624	2.279	1
F/HCl 33%	894	431	779	4

35 Tabla 1- efecto del tratamiento de purificación sin y con horno de hidrólisis.

La etapa limitante parece ser la hidrólisis de las moléculas que se hace difícilmente en la columna de lavado. Por el contrario, una vez acabada esta hidrólisis, la eliminación de las impurezas mediante el procedimiento llamado "strong-acid-wash" no parece plantear problemas. Por lo tanto, la combinación de las dos etapas es necesaria para la obtención de una buena pureza de HCl.

40

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de tratamiento de un flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados, en el que el flujo gaseoso se somete sucesivamente a:
  - una etapa de hidrólisis catalítica de los compuestos fluoro-oxigenados;
- 5
  - una etapa de lavado con una disolución ácida;
  - una etapa de adsorción de impurezas con carbón activo;
  - una etapa de absorción adiabática o isoterma del ácido clorhídrico en una disolución acuosa, que permita recoger una disolución de ácido clorhídrico.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa de hidrólisis catalítica se efectúa sobre un lecho de carbón activo.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la disolución ácida utilizada durante la etapa de lavado es una disolución de ácido clorhídrico y preferentemente procede de la disolución de ácido clorhídrico recogida a la salida de la etapa de absorción adiabática o isoterma.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende además:
  - 15 - una etapa de puesta en contacto de la disolución de ácido clorhídrico con un gel de sílice.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que los compuestos fluoro-oxigenados comprenden difluoruro de carbonilo, clorofluorocarbonilo, fluoruro de trifluoroacetilo y/o ácido trifluoroacético; y en el que, preferentemente, el flujo gaseoso comprende al menos 50 mg/l, principalmente al menos 100 mg/l, incluso al menos 200 mg/l de fluoruro de trifluoroacetilo y/o ácido trifluoroacético.
- 20 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se añade ácido bórico a la disolución ácida utilizada para la etapa de lavado.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el flujo gaseoso es un flujo procedente de una reacción de fluoración catalítica de al menos un compuesto clorado en al menos un compuesto fluorado, recogándose dicho flujo preferentemente a la salida de una destilación de un flujo de productos de la reacción de fluoración catalítica.
  - 25
8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que la reacción de fluoración catalítica se efectúa en presencia de oxígeno.
9. Procedimiento según la reivindicación 7 u 8, en el que:
  - 30 - el compuesto clorado es un clorocarbono, un hidroclorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclorofluorocarbono, una cloroolefina, una hidrocloroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclorofluoroolefina; y en el que el compuesto fluorado es un fluorocarbono, un hidrofluorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclorofluorocarbono, una fluoroolefina, una hidrofluoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclorofluoroolefina;
  - 35 - preferentemente el compuesto clorado se elige entre el 1,1,2-tricloroetano, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano, el 1,1,1,3,3-pentacloropropano, el 1,1,2,2,3-pentacloropropano, el 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano, el percloroetileno, el 1,2-dicloroetileno, el 1,1,2,3-tetracloropropeno, el 2,3,3,3-tetracloropropeno, el 1,1,3,3-tetracloropropeno, el 1,3,3,3-tetracloropropeno, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno y sus mezclas; y
  - 40 - preferentemente el compuesto fluorado se elige entre el pentafluoroetano, el 1-cloro,2,2-difluoroetano, el 1,3,3,3-tetrafluoropropeno, el 2,3,3,3-tetrafluoropropeno, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno y sus mezclas.
10. Procedimiento de preparación de un compuesto fluorado que comprende:
  - proporcionar un compuesto clorado y ácido fluorhídrico;
  - 45 - realizar la reacción catalítica del compuesto clorado con ácido fluorhídrico y recoger un flujo de productos brutos;
  - separar el flujo de productos brutos, preferentemente por destilación, permitiendo recuperar por una parte un flujo de compuesto fluorado, y por otra parte un flujo gaseoso que contiene principalmente ácido clorhídrico, así como cantidades minoritarias de ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados;

- tratar el flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados según una de las reivindicaciones 1 a 9.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que la reacción catalítica se lleva a cabo en presencia de oxígeno.
- 5 12. Procedimiento según la reivindicación 10 u 11, en el que:
- el compuesto clorado es un clorocarbono, un hidroclorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclorofluorocarbono, una cloroolefina, una hidrocloroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclorofluoroolefina; y en el que el compuesto fluorado es un fluorocarbono, un hidrofluorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclorofluorocarbono, una fluoroolefina, una hidrofluoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclorofluoroolefina;
  - preferentemente el compuesto clorado se elige entre el 1,1,2-tricloroetano, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano, el 1,1,1,3,3-pentacloropropano, el 1,1,2,2,3-pentacloropropano, el 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano, el percloroetileno, el 1,2-dicloroetileno, el 1,1,2,3-tetracloropropeno, el 2,3,3,3-tetracloropropeno, el 1,1,3,3-tetracloropropeno, el 1,3,3,3-tetracloropropeno, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno y sus mezclas; y
  - preferentemente el compuesto fluorado se elige entre el pentafluoroetano, el 1-cloro,2,2-difluoroetano, el 1,3,3,3-tetrafluoropropeno, el 2,3,3,3-tetrafluoropropeno, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno y sus mezclas.
13. Instalación de tratamiento de un flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados, que comprende:
- una conducción de admisión de flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados (1), que alimenta una unidad de hidrólisis catalítica (2);
  - una unidad de lavado (4), alimentada por una parte por una conducción de recogida de flujo gaseoso hidrolizado (3) procedente de la unidad de hidrólisis catalítica (2), y por otra parte por una conducción de admisión de disolución ácida (6);
  - una unidad de adsorción de impurezas (7), que comprende un lecho de carbón activo, alimentada por una conducción de recogida de flujo gaseoso lavado (5) procedente de la unidad de lavado;
  - una unidad de absorción adiabática o isoterma (9) alimentada por una parte por una conducción de recogida de flujo purificado (8) procedente de la unidad de adsorción y por otra parte por una conducción de admisión de disolución acuosa (10);
  - una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico (12) a la salida de la unidad de absorción adiabática o isoterma (9).
14. Instalación según la reivindicación 13, en la que la unidad de hidrólisis catalítica (2) comprende un lecho de carbón activo.
15. Instalación según la reivindicación 13 ó 14, en la que la conducción de admisión de disolución ácida (6) procede directamente o no de la conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico (12).
16. Instalación según una de las reivindicaciones 13 a 15, que comprende además:
- una unidad de adsorción complementaria (13) que comprende un gel de sílice, alimentada por una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico (12); y
  - una conducción de recogida de disolución de ácido clorhídrico purificado (14) procedente de la unidad de adsorción suplementaria (13).
17. Instalación según una de las reivindicaciones 13 a 16, que comprende un aporte de disolución de ácido bórico a la unidad de lavado (4).
18. Instalación según una de las reivindicaciones 13 a 17, en la que la conducción de admisión de flujo gaseoso que contiene ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y compuestos fluoro-oxigenados (1) procede de una unidad de destilación; estando alimentada la unidad de destilación preferentemente por una conducción de recogida de productos brutos a la salida de un reactor catalítico.
19. Instalación según la reivindicación 18, en la que el reactor catalítico es alimentado por una conducción de admisión de compuesto clorado y una conducción de admisión de ácido fluorhídrico, y la conducción de recogida de productos brutos transporta un flujo que comprende un compuesto fluorado, y en la que preferentemente:

- 5 - el compuesto clorado es un clorocarbono, un hidroclocorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclocorofluorocarbono, una cloroolefina, una hidroclocoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclocorofluoroolefina; y en el que el compuesto fluorado es un fluorocarbono, un hidroflocorocarbono, un clorofluorocarbono, un hidroclocorofluorocarbono, una fluoroolefina, una hidroflocoroolefina, una clorofluoroolefina o una hidroclocorofluoroolefina;
  - 10 - más particularmente el compuesto clorado se elige entre el 1,1,2-tricloroetano, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano, el 1,1,1,3,3-pentacloropropano, el 1,1,2,2,3-pentacloropropano, el 2,3-dicloro-1,1,1-trifluoropropano, el percloroetileno, el 1,2-dicloroetileno, el 1,1,2,3-tetracloropropeno, el 2,3,3,3-tetracloropropeno, el 1,1,3,3-tetracloropropeno, el 1,3,3,3-tetracloropropeno, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno y sus mezclas; y
  - más particularmente el compuesto fluorado se elige entre el pentafluoroetano, el 1-cloro,2,2-difluoroetano, el 1,3,3,3-tetrafluoropropeno, el 2,3,3,3-tetrafluoropropeno, el 2-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, el 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno y sus mezclas.
20. Instalación según la reivindicación 18 ó 19, que comprende un aporte de oxígeno hacia el reactor catalítico.
- 15

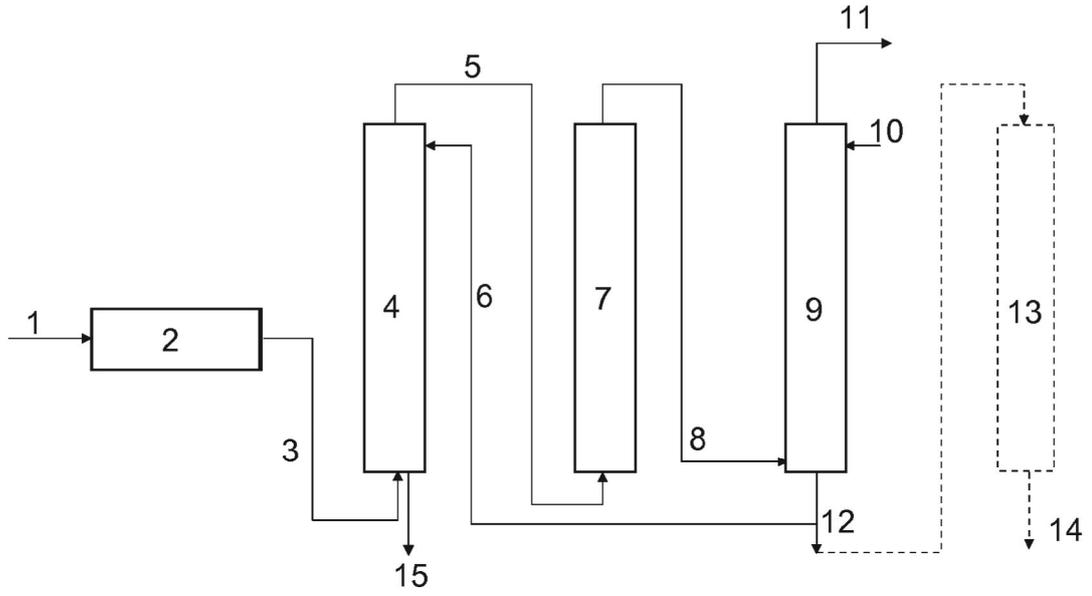


Fig. 1