



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108409528 A

(43)申请公布日 2018.08.17

(21)申请号 201810094555.5

(22)申请日 2018.01.31

(71)申请人 青岛和兴精细化学有限公司

地址 266000 山东省青岛市市北区山东路  
195号

(72)发明人 况宗盛 孙晓伟 张相荣

(51)Int.Cl.

C07C 22/04(2006.01)

C07C 17/14(2006.01)

C07C 17/38(2006.01)

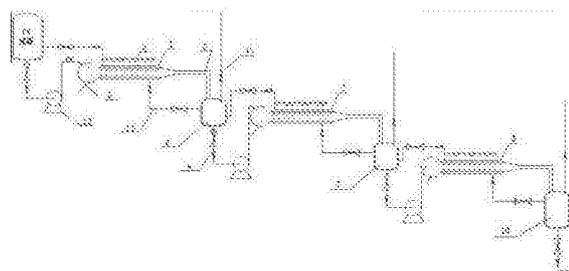
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种采用新型反应设备制备对二氯苯的新工艺

(57)摘要

本发明公开了一种采用新型反应设备制备对二氯苯的新工艺。该新型反应设备包括氯化器、气液分离器、结晶器等。采用该新型反应设备制备对二氯苯的工艺包括下列步骤：(1)反应；(2)结晶分离。本发明的有益效果：采用该新型反应设备能使对二甲苯与氯气进行充分均匀的混合，避免局部氯气浓度大导致的过度氯化；分三段氯化，精确控制每段的反应物配比，对二甲苯单程转化率大于96%，氯化液中对二氯苯与对甲基氯苯的总选择性高达98%，其中对二氯苯含量高达70%以上；所用作为光源引发反应的LED灯波长合适，引发效率高，可以大幅降低反应温度，能有效减少副反应；氯化液杂质少，无需真空精馏工艺来提纯产品，只需简单结晶一次即可得到含量99%以上的产品。



1. 一种制备对二氯苯的新型反应设备,其特征在于:包括反应器、气液分离器、结晶器、LED灯;

所述反应器外部固定设置有LED灯,所述反应器密封设置有氯气进管;

所述反应器共分三组,分别为一段反应器、二段反应器、三段反应器;

所述气液分离器共分二组,分别为气液分离器一、气液分离器二;

所述气液分离器一设置于一段反应器、二段反应器之间,通过物料管路密封连接一段反应器,通过反应液管路密封二段反应器;所述气液分离器二设置于二段反应器、三段反应器之间,通过物料管路密封连接二段反应器,通过反应液管路密封三段反应器;

所述结晶器设置于三段反应器外部,通过物料管路密封连接三段反应器;

所述反应器、气液分离器、结晶器均密封设置有循环水管路,且依次互相密封连接;

所述气液分离器、结晶器均密封设置有吸收管路;

所述反应液管路上均密封设置有高压泵。

2. 根据权利要求1所述的一种制备对二氯苯的新型反应设备,其特征在于:二甲苯和三段氯气总重量之比为1:1-1.5,优选1:1.15~1:1.25;第一段氯气:第二段氯气:第三段氯气重量比为4-6:2-3:1。

3. 根据权利要求1所述的一种制备对二氯苯的新型反应设备,其特征在于:氯化温度为50~100℃,优选60~80℃,第一段氯化温度为70~80℃:第二段氯化温度65~75℃:第三段氯化温度为60~65℃。

4. 根据权利要求1所述的一种制备对二氯苯的新型反应设备,其特征在于:所述LED灯波长360~420nm。

5. 根据权利要求1所述的一种制备对二氯苯的新型反应设备,其特征在于:所述反应器的材质为特殊耐压玻璃。

6. 一种利用权利要求1-5所述的设备制备对二氯苯的新工艺,其特征在于:包括下列步骤:

(1) 反应:

将对二甲苯与氯气以高压泵连续泵入氯化器中,以LED灯引发反应,反应后的物料进入气液分离器,完成反应液与反应产生的氯化氢气体的气液分离后,继续将反应液和氯气按比例通入下一级反应器,如此共分三段通氯;

(2) 结晶分离:

第三段氯化料进入结晶器,经过气液分离与结晶后,进行过滤分离。

7. 根据权利要求6所述的工艺,其特征在于:光源为LED灯,波长优选360~420nm。

8. 根据权利要求6所述的工艺,其特征在于:氯化温度为50~100℃,优选60~80℃,其中第一段氯化温度为70~80℃,第二段氯化温度为65~75℃,第三段氯化温度为60~65℃。

9. 根据权利要求6所述的工艺,其特征在于:对二甲苯与三段氯气总重量之比为1 : 1~1.5,优选1:1.15~1:1.25,第一段氯气:第二段氯气:第三段氯气重量比为4~6 : 2~3 : 1。

## 一种采用新型反应设备制备对二氯苯的新工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种采用新型反应设备制备对二氯苯的新工艺。

### 背景技术

[0002] 对二氯苯是一种重要的化学原料,外观为白色片状结晶,作为有机合成的中间体,主要用于制造对苯二甲醇、对苯二甲醚、对苯二甲醛以及其它染料,还能够作为医药中间体。

[0003] 以往文献资料中提及的对二氯苯制备工艺,不同程度地存在如下问题:反应选择性低,导致大量副产物的生成;为了减轻副反应,刻意降低氯化深度,反应液中对二氯苯含量较低,对二氯苯的单程收率不高;各种原因导致的生产成本高等。

### 发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是:提供一种采用新型反应设备制备对二氯苯的新工艺。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:

首先,本发明提供了一种制备对二氯苯的新型反应设备,通过多段通氯的设计,可以有效地对二氯苯的单程转化率,减少副产物生成,提高产能降低生产成本。

[0006] 本发明所采用的技术方案是:

一种制备对二氯苯的新型反应设备包括反应器、气液分离器、结晶器、LED灯;

所述反应器外部固定设置有LED灯,所述反应器密封设置有氯气进管;

所述反应器共分三组,分别为一段反应器、二段反应器、三段反应器;

所述气液分离器共分二组,分别为气液分离器一、气液分离器二;

所述气液分离器一设置于一段反应器、二段反应器之间,通过物料管路密封连接一段反应器,通过反应液管路密封二段反应器;所述气液分离器二设置于二段反应器、三段反应器之间,通过物料管路密封连接二段反应器,通过反应液管路密封三段反应器;

所述结晶器设置于三段反应器外部,通过物料管路密封连接三段反应器;

所述反应器、气液分离器、结晶器均密封设置有循环水管路,且依次互相密封连接;

所述气液分离器、结晶器均密封设置有吸收管路;

所述反应液管路上均密封设置有高压泵;

实施过程:首先通过高压泵将对二氯苯和氯气连续泵入一段反应器,以LED灯引发反应,反应后的物料通过物料管路进入气液分离器一,完成反应液和反应产生的氯化氢气体的气液分离,反应产生的氯化氢气体通过吸收管路被去尾气吸收,完成气液分离的反应液通过反应液管路和通过氯气进管进入的氯气按比例进入二段反应器,如此共分为三段通氯,三段反应器中的反应后的物料通过物料管路进入结晶器,经过气液分离与结晶后,进行过滤分离。

[0007] 优化的,二甲苯和三段氯气总重量之比为1:1-1.5,优选1:1.15~1:1.25;第一段氯

气:第二段氯气:第三段氯气重量比为4-6:2-3:1。

[0008] 优化的,氯化温度为50~100℃,优选60~80℃,第一段氯化温度为70~80℃:第二段氯化温度65~75℃:第三段氯化温度为60~65℃。

[0009] 优化的,所述LED灯波长优选360~420nm。

[0010] 优化的,所述反应器的材质为特殊耐压玻璃。

[0011] 本发明还提供的一种采用新型反应设备制备对二氯苯的新工艺,包括下列步骤:

(1)反应:

将对二甲苯与氯气以高压泵连续泵入氯化器中,以LED灯引发反应,反应后的物料进入气液分离器,完成反应液与反应产生的氯化氢气体的气液分离后,继续将反应液和氯气按比例通入下一级反应器,如此共分三段通氯。

[0012] (2)结晶分离:

第三段氯化料进入结晶器,经过气液分离与结晶后,进行过滤分离,产品含量在99%以上。

[0013] 对二甲苯与三段氯气总重量之比为1 :1~1.5,优选1:1.15~1:1.25,第一段氯气:第二段氯气:第三段氯气重量比为4~6 : 2~3 : 1。

[0014] 氯化温度为50~100℃,优选60~80℃,其中第一段氯化温度为70~80℃,第二段氯化温度为65~75℃,第三段氯化温度为60~65℃。

[0015] 光源为LED灯,波长优选360~420nm。

[0016] 本发明反应机理为自由基引发的苯环侧链氯化,竞争副反应为环上氯化 and 过氯化,因此对气液混合的均匀程度和光引发效果要求很高。

[0017] 普通的釜式氯化,必然存在局部氯浓度过高和光照强度不均的问题,导致生成一定数量的副产物,从而增加后续提纯工作的难度。

[0018] 采用图1所示的反应设备进行反应,分三段通氯,合理分配每段通氯重量,控制每段反应温度,不仅提高了转化率而且抑制了环上氯化 and 过氯化提高了选择性。

[0019] 采用图2中的氯化器,该氯化器材质为特殊耐压玻璃,其换热面大、换热效率高,光能完全穿透反应液层,基本抑制了副产物的生成,显著提高了反应的选择性,氯化器内设有凸起结构,增加流体湍动,加强混合效果,使氯气在对二甲苯中瞬间破碎为细微气泡,两者充分混合,提高反应效率。

[0020] 本发明的有益效果:

1.采用该新型反应设备能使对二甲苯与氯气进行充分均匀的混合,避免局部氯气浓度大导致的过度氯化。

[0021] 2.分三段氯化,精确控制每段的反应物配比,对二甲苯单程转化率大于96%,氯化液中对二氯苯与对甲基氯苯的总选择性高达98%,其中对二氯苯含量高达70%以上。

[0022] 3.所用作为光源引发反应的LED灯波长优选360~420nm,波长合适,引发效率高,可以大幅降低反应温度,能有效减少副反应.氯化液杂质少。

[0023] 4.无需真空精馏工艺来提纯产品,只需简单结晶一次即可得到含量99%以上的产品。

附图说明

[0024] 下面结合实施例及附图对本发明进行更详细的说明。

[0025] 图1是本发明的结构示意图。

[0026] 图2是本发明反应器的结构示意图。

## 具体实施方式

[0027] 实施例一

一种制备对二氯苯的新型反应设备包括反应器、气液分离器、结晶器、LED灯；

所述反应器外部固定设置有LED灯4,所述反应器密封设置有氯气进管5；

所述反应器共分三组,分别为一段反应器1、二段反应器2、三段反应器3；

所述气液分离器共分二组,分别为气液分离器一6、气液分离器二7；

所述气液分离器一6设置于一段反应器1、二段反应器2之间,通过物料管路8密封连接一段反应器1,通过反应液管路9密封二段反应器2；所述气液分离器二7设置于二段反应器2、三段反应器3之间,通过物料管路8密封连接二段反应器,通过反应液管路9密封三段反应器3；

所述结晶器10设置于三段反应器3外部,通过物料管路8密封连接三段反应器3；

所述反应器、气液分离器、结晶器均密封设置有循环水管路11,且依次互相密封连接；

所述气液分离器、结晶器均密封设置有吸收管路12；

所述反应液管路上均密封设置有高压泵13；

实施过程:首先通过高压泵将对二氯苯和氯气连续泵入一段反应器,以LED灯引发反应,反应后的物料通过物料管路进入气液分离器一,完成反应液和反应产生的氯化氢气体的气液分离,反应产生的氯化氢气体通过吸收管路被去尾气吸收,完成气液分离的反应液通过反应液管路和通过氯气进管进入的氯气按比例进入二段反应器,如此共分为三段通氯,三段反应器中的反应后的物料通过物料管路进入结晶器,经过气液分离与结晶后,进行过滤分离。

[0028] 二甲苯和三段氯气总重量之比为1:1-1.5,优选1:1.15~1:1.25;第一段氯气:第二段氯气:第三段氯气重量比为4-6:2-3:1。

[0029] 氯化温度为50~100℃,优选60~80℃,第一段氯化温度为70~80℃:第二段氯化温度65~75℃:第三段氯化温度为60~65℃。

[0030] 所述LED灯波长优选360~420nm。

[0031] 反应器的材质为特殊耐压玻璃。

[0032] 本发明提供的设备能使对二甲苯和氯气进行充分均匀地混合,避免局部氯气浓度过大导致过度氯化;三段式的氯化,能够更加精准地控制每段的反应物配比,对二甲苯的单程转化率可以超过96%,氯化液中对二氯苯与对甲基氯苯的总选择性可以到达98%,其中对二氯苯含量可以达到70%以上;所用作为光源引发反应的LED灯采用合适的波长,其引发效率高,可以大幅降低反应温度,能有效减少副反应;经过三段通氯分离的氯化液杂质少,无需真空精馏工艺来提纯,只需简单结晶一次即可得到含量99%以上的产品,可以有效得节约生产成本。

[0033] 实施例二

将总量为1000G对二甲苯与1210G氯气以高压泵连续泵入氯化器中,以LED灯引发反应,

一段通氯反应后的物料进入气液分离器,完成反应液与反应产生的氯化氢气体的气液分离后,将一段反应液和氯气通入二段反应器,如此共分三段通氯,最终反应液取样检测(表一),对二甲苯转化率为97.75%,对二氯苯和对甲基氯苯的总选择性为99.01%,其中对二氯苯的含量为74.65%。第三段氯化料进入结晶器,经过气液分离与结晶后,进行过滤分离得到最终产品,产品含量达到99.62%。

[0034] 实施例三

将总量为1000G对二甲苯与1170G氯气以高压泵连续泵入氯化器中,以LED灯引发反应,一段通氯反应后的物料进入气液分离器,完成反应液与反应产生的氯化氢气体的气液分离后,将一段反应液和氯气通入二段反应器,如此共分三段通氯,最终反应液取样检测(表一),对二甲苯转化率为96.49%,对二氯苯和对甲基氯苯的总选择性为99.09%,其中对二氯苯的含量为70.04%。第三段氯化料进入结晶器,经过气液分离与结晶后,进行过滤分离得到最终产品,产品含量达到99.59%。

[0035] 表一

物质名称	对二甲苯	对甲基氯苯	对二氯苯	总杂质
反应完毕检测数据1	2.25%	22.13%	74.65%	0.97%
反映完毕检测数据2	3.51%	25.57%	70.04%	0.88%

当然,上述说明并非是对本发明的限制,本发明也并不限于上述举例,本技术领域的普通技术人员,在本发明的实质范围内,作出的变化、改型、添加或替换,都应属于本发明的保护范围。

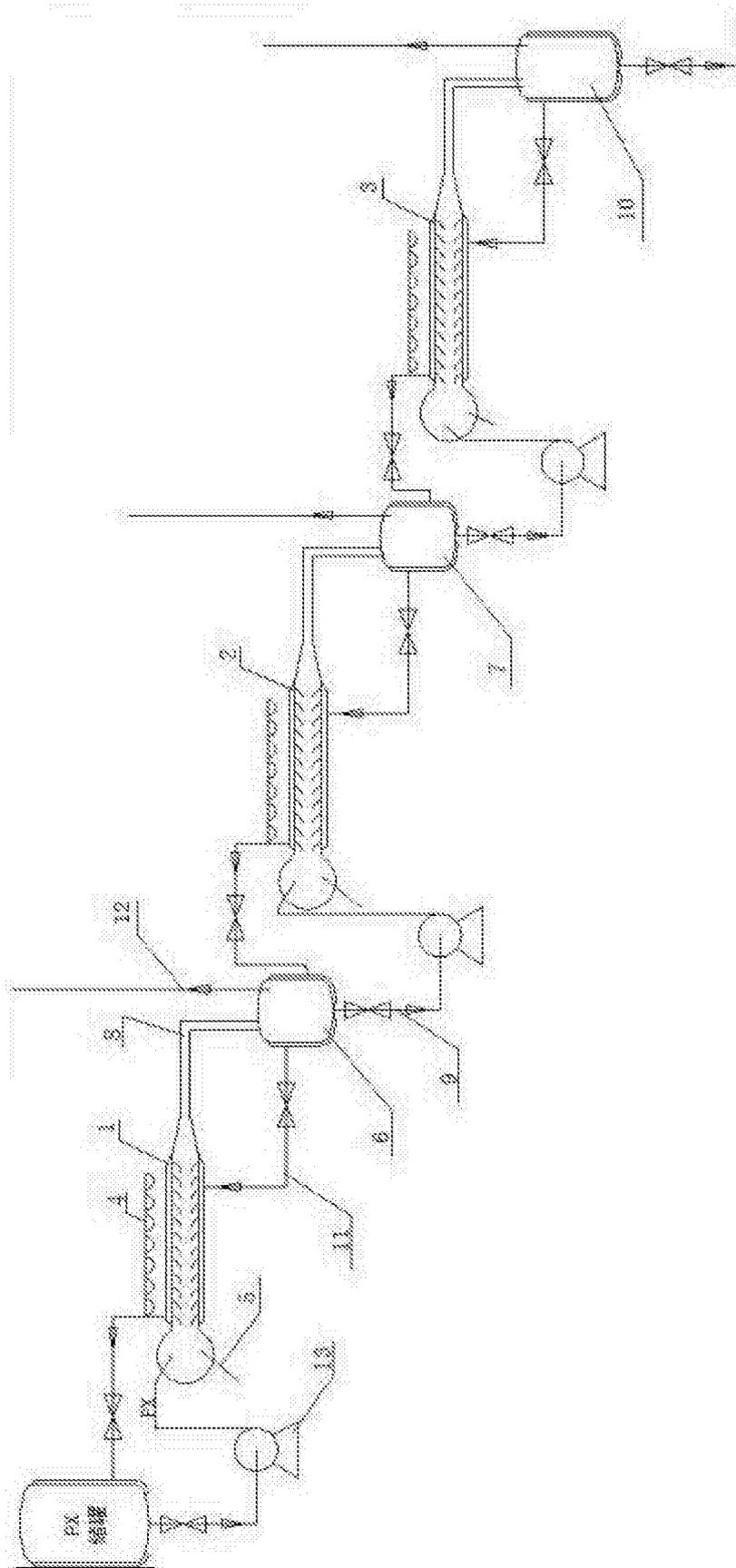


图1

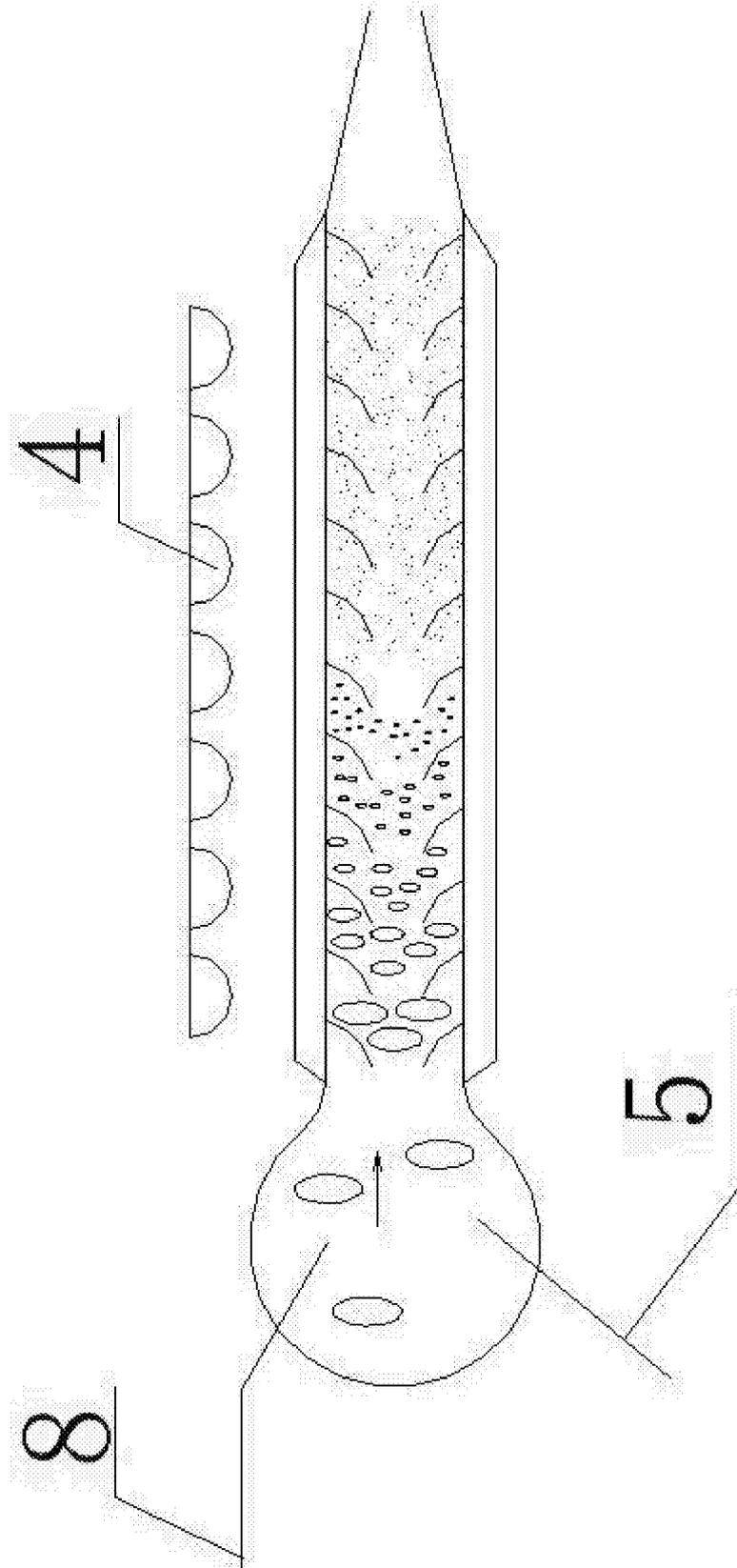


图2