(19) **Bundesrepublik Deutschland**
**Deutsches Patent- und Markenamt**

(10) **DE 696 31 493 T2** 2004.12.23

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 018 366 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **696 31 493.2**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 104 799.2**
(96) Europäischer Anmeldetag: **27.02.1996**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **12.07.2000**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **04.02.2004**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **23.12.2004**

(51) Int Cl.[7]: **B01J 19/24**
**B01J 19/18, B01J 19/00**

(30) Unionspriorität:
**449635** **24.05.1995** **US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**CH, DE, ES, FR, LI, NL**

(73) Patentinhaber:
**Dow Global Technologies, Inc., Midland, Mich., US**

(74) Vertreter:
**Weickmann & Weickmann, 81679 München**

(72) Erfinder:
**Tirtowidjojo, Max M., Lake Jackson, US; Beckett, Paul C., Lake Jackson, US; Baker, John F., Lake Jackson, Texas 77566, US**

(54) Bezeichnung: **Kugelförmiger Reaktor**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

## Beschreibung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft gasförmige Halogenisierungsreaktionen und für solche Reaktionen zweckmäßige Reaktoren.

**[0002]** Es ist bekannt, Propylen und Chlor in einer Dampfphase bei hohen Temperaturen reagieren zu lassen, um ein Gemisch von Produkten zu erzeugen, das überwiegend Allylchlorid enthält. Siehe beispielsweise Samples et al., U.S. Patent 3,054,831 (18. September 1962). Bei solchen Reaktionen reagieren Propylen und Chlor bei einer Temperatur von 400°C bis 500°C. Das molare Verhältnis von Propylen zu Chlor im Reaktor liegt gewöhnlich zwischen 3 : 1 und 5 : 1. Die Umwandlung von Chlor erreicht gewöhnlich ungefähr 100% und die Umwandlung von Propylen erreicht gewöhnlich 20 bis 35%.

**[0003]** Nachdem das Propylen von der Reaktionsmischung getrennt worden ist, enthält das Reaktionsprodukt gewöhnlich 70 bis 80 Gew.-% Allylchlorid mit dem Rückstand, der vorwiegend ein Gemisch aus vielen verschiedenen chlorierten Alkanen und Alkenen ist. Die Reaktion erzeugt auch geringe Mengen von Kohlenstoff. Der Kohlenstoff bildet sich im Reaktor über eine Zeitpenode bis der Reaktor zum Reinigen abgeschaltet werden muss.

**[0004]** Das Gemisch der Produkte ist temperaturabhängig. Temperaturen unter etwa 400°C begünstigen die Bildung von übermäßig dihalogenierten Nebenprodukten, wohingegen Temperaturen größer als ungefähr 500°C den Abbau von Allylchlorid begünstigen, sodass übermäßig Kohlenstoff und andere Produkte produziert werden. Siehe beispielsweise Samples et al., supra, Spalte 1, Zeilen 15–25; und britische Patentspezifikation 761,831 (veröffentlicht am 21. November 1956) in Spalte 1, Zeilen 28–40. Die Temperaturkontrolle ist deshalb wichtig, um eine gewünschtes Gemisch aus Produkten zu erreichen.

**[0005]** Die Temperaturkontrolle ist aber schwierig, weil die Reaktion stark exotherm ist. Das Reagenz muss bei einer Temperatur, die weit unter der gewünschten Reaktionstemperatur liegt, in den Reaktor eingespritzt werden, da sonst die Hitze der Reaktion die Temperatur im Reaktor zu hoch treiben wird. Trotzdem können im Reaktor heiße und kalte Stellen vorhanden sein, die einen ungewünscht hohen Grad von Reaktionsnebenprodukten erzeugen.

**[0006]** Um die Temperaturunterschiede zu minimieren, sind mehrere verschiedene Methoden verbesserten Mischens im Reaktor vorgeschlagen worden.

(1) Vandijk, U.S. Patent 2,763,699 (veröffentlicht am 18. September 1956); britische Patentspezifikation 761,831 (veröffentlicht am 21. November 1956); und britische Patentspezifikation 765,764 (veröffentlicht am 9. Januar 1957), lehren eine Vielfalt von sphärischen, eiförmigen, ovalen und ähnlichen Reaktoren, die zum Herstellen von Allylchlorid verwendet werden können. Diese sphärischen Reaktoren sind immer noch anfällig für organische Oberflächenverschmutzung aus Kohlenstoff. Die britische Patentspezifikation 761,831 zeigt hohe Erträge von Allylchlorid, das unter Verwendung einer Serie von drei sphärischen Reaktoren produziert wurde. Die Serie von drei sphärischen Reaktoren ist ineffizient, weil es nötig ist, dass die Reaktionsmischung beständig gekühlt und dann wieder geheizt wird beim Einleiten von einem zum anderen Reaktor. Sie ist auch speziell anfällig für organische Oberflächenverschmutzung mit Kohlenstoff, weil der im ersten Reaktor produzierte Kohlenstoff durch die engen Einspritzvorrichtungen und Rohre des nachfolgenden Reaktors eingeleitet werden muss.

(2) Samples et al., U.S. Patent 3,054,831 lehrt ein komplexes Einspritzsystem, um Turbulenzen und das Mischen innerhalb des Reaktors zu fördern.

(3) Yamamoto et al., japanische veröffentlichte Anmeldung 48-26732 (veröffentlicht am 15. August 1973) lehrt einen kreisförmigen, rohrförmigen Reaktor mit Stromstörern in der Nähe der Einspritzvorrichtung für Reagenzien, um das Mischen zu fördern.

(4) Spadlo et al., polnisches Patent 136,334 (publiziert am 20. Februar 1987) lehrt, dass die Reagenzien bei tiefen Temperaturen vorgemischt werden, bevor sie in den Reaktor eingespritzt werden.

**[0007]** Alle diese Reaktoren sind immer noch anfällig für die Entstehung von Kohlenstoff. Sie müssen zum Reinigen periodisch abgeschaltet werden. Wenn die Kohlenstoffbildung reduziert würde, könnte der Reaktor zwischen Ausschaltungen länger laufen. Gebraucht wird ein Reaktor und/oder Prozess, der hochselektiv für Allylchlorid ist und der sehr tiefe Grade von Kohlenwasserstoff produziert, ohne dass der Bedarf des kontinuierlichen Heizens und Kühlens der Reaktionsprodukte besteht. US-A-3,849,075 offenbart einen zum Spalten von Hydrocarbonaten mit heißem Gas angepassten Spaltreaktor. Das Einlassrohr ist derart angeordnet, dass der in den Reaktor eintretende Dampf dies im Wesentlichen tangential zu den Wänden des Reaktors macht, um einen wirbelähnlichen Fluss zu erzeugen.

**[0008]** Unsere ebenfalls anhängige Anmeldung Nr. 46408591.9, von der dies eine Teilanmeldung ist, beansprucht einen Prozess, um Allylchlorid herzustellen durch Reagierenlassen von Propylen und molekularem Halogen in einem molaren Verhältnis von wenigstens 2.5 : 1 bei einer Reaktionstemperatur von 400°C bis 525°C, dadurch gekennzeichnet, dass:

(1) Propylen und molekulares Halogen teilweise in einem "ständig gerührten Tank-Reaktor" (CSTR)-Bereich bei 400°C bis 525°C zur Reaktion gebracht werden; und

(2) Ausfluss von Schritt (1) in einen Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich zugeführt wird, wo die Reaktion bei einer Temperatur von 400°C bis 525°C fortgesetzt wird, bis im Wesentlichen alles Chlor aufgebraucht ist.

**[0009]** (Für die Anmeldungszwecke impliziert oder schließt der Terminus "ständig gerührter Tank-Reaktor" (CSTR) nicht notwendigerweise das Vorhandensein eines Impellers oder anderer Rührmechanismen aus. "CSTR" meint, dass der Bereich dazu vorgesehen ist, Turbulenzen zu erzeugen, die Temperatur- und Reagenzgradienten im CSTR-Bereich minimieren.)

**[0010]** Entsprechend der vorliegenden Erfindung ist ein Reaktorgefäß vorgesehen, umfassend:

(1) einen sphärischen, ständig gerührten Tank-Reaktor (CSTR)-Bereich;

(2) einen direkt am CSTR-Bereich angebrachten rohrförmigen Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich;

(3) einen oder mehrere Einlässe zur Einspritzung von gasförmigen Reagenzien in den CSTR-Bereich; und

(4) einen oder mehrere Auslässe am rohrförmigen Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich zum Entnehmen eines gasförmigen Produktes, wobei der Einlass oder die Einlässe so angeordnet sind, dass der Fluss von Reagenzien weder tangential noch orthogonal zur Innenfläche des CSTR-Bereichs ist.

**[0011]** Der CSTR stellt außergewöhnliches Mischen bereit, um Reagenzien schnell auf die gewünschte Temperatur zu bringen mit einem Minimum von thermalen Gradienten. Andererseits haben wir entdeckt, dass CSTR, wie beispielsweise sphärische Reaktoren, empfindlich sind für übermäßiges Rückmischen, wenn sie als der alleinige Reaktor in der Reaktion verwendet werden. Übermäßiges Rückmischen erhöht die Bildung von Kohlenstoff und weiterer Chlorierung von Allylchlorid, was dichlorierte Nebenprodukte erzeugt, weil ein Teil des Produkts zu lange in dem Reaktor verbleibt.

**[0012]** In der vorliegenden Erfindung wird ein ständig gerührter Tank-Reaktor-Bereich bereitgestellt, um ein gutes Mischen zu erreichen, das Reaktionsgemisch wird aber in einen Längsdurchströmungs-Reaktor bewegt, bevor die Reaktion abgeschlossen ist, um die Nebenproduktbildung zu minimieren. Der Reaktor ist zweckmäßig, um Allylchlorid hoher Reinheit mit geringer Nebenproduktbildung zu erzeugen oder in anderen Prozessen, die Dampfphasenreaktion involvieren.

**[0013]** **Fig.** 1 zeigt eine Seitenansicht eines Reaktors, umfassend: einen sphärischen, ständig gerührten Tank-Reaktor-Bereich (**1**); einen rohrförmigen Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich (**2**); Einlässe für ein erstes Reagenz (**3**); Einlässe für ein zweites Reagenz (**4**); und ein Auslass zum Entnehmen von Produkten aus dem Reaktor (**5**).

**[0014]** **Fig.** 2 zeigt eine Draufsicht auf den sphärischen CSTR-Bereich (**1**) des Reaktors in **Fig.** 1. Sie enthält: den sphärischen CSTR-Bereich (**1**); die Einlässe für ein erstes Reagenz (**3**); die Einlässe für ein zweites Reagenz (**4**); und eine Öffnung (**6**), damit das teilreagierte Gemisch in den Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich fließt. Die Zeichnung zeigt, dass die Einlässe (**3**) nicht direkt in das Zentrum der Kugel gerichtet sind, sondern in einem vom Zentrum gerichteten Winkel in den Reaktor eintreten.

**[0015]** Der Prozess zum Erzeugen von Allylhalliden folgt in vielerlei Hinsicht den üblichen Konditionen der Dampfphasenhalogenisierung von Propylen, um Allylhallide herzustellen. Propylen und Halogen werden zusammen bei einer erhöhten Temperatur zur Reaktion gebracht. Das Halogen ist bevorzugt Chlor oder Brom und ist am meisten bevorzugt Chlor. Das molare Verhältnis von in den Reaktor zugeführtem Propylen zu Halogen beträgt wenigstens 2,5 : 1 und bevorzugt wenigstens 3 : 1. Das molare Verhältnis von in den Reaktor zugeführtem Propylen zu Halogen beträgt bevorzugt nicht mehr als 5 : 1 und am meisten bevorzugt nicht mehr als 4 : 1.

**[0016]** Die Temperatur des Reaktors liegt bei wenigstens ungefähr 400°C, bevorzugt bei wenigstens etwa 425°C, sehr bevorzugt bei wenigstens ungefähr 450°C und am meisten bevorzugt bei wenigstens ungefähr 460°C. Die Temperatur im Reaktor beträgt nicht mehr als ungefähr 525°C, bevorzugt nicht mehr als ungefähr 500°C und sehr bevorzugt nicht mehr als ungefähr 480°C.

**[0017]** In den meisten Fällen ist es wünschenswert, das Propylen vorzuheizen, bevor es in den Reaktor zugeführt wird, im Speziellen dann, wenn das Verhältnis von Propylen zu Chlor hoch ist. Das optimale Vorheizen ist unterschiedlich, abhängig vom Reaktor und den Reaktionsbedingungen und kann von einem gewöhnlichen Fachmann leicht durch Experimentieren bestimmt werden. Das Vorheizen sollte gerade genügen, um die Temperatur im Reaktor bei der gewünschten Temperatur zu halten. Wenn die Reagenzien zu stark vorgeheizt sind, kann die Reaktortemperatur zu hoch steigen, was zu Nebenreaktionen und zur Kohlenstoffbildung führt. Bevorzugt wird das Propylen auf 150°C bis 350°C geheizt, bevor es in den Reaktor eingespritzt wird. Die Wärme für diesen Schritt wird bevorzugt vom Ausfluss des Reaktors zurückgewonnen.

**[0018]** Die Halogenisierungsreaktion findet in zwei separaten Bereichen statt. Im ersten Schritt werden die Reagenzien in einen CSTR-Bereich zugeführt. CSTRs sind gewöhnlichen Fachpersonen vertraut. Der CSTR-Bereich kann irgend ein Reaktor sein, der kontinuierliche Turbulenz oder Mischung aufweist, um die Reagenzien schnell auf Reaktionstemperatur zu bringen und um Thermal- und Konzentrationsgradienten innerhalb des CSTR-Bereichs zu minimieren. Beispiele von CSTRs sind in den folgenden Verweisen beschrieben: Vandijk et al., U.S. Patent 2,763,699 (18. September 1956); und G. Froment und K. Bischoff, Chemical Reactor Analysis and Design auf 420 und ff. (J. Wiley & Sons 1979). Der CSTR ist sphärisch. Er enthält bevorzugt glatte Oberflächen außer für den Einlass für Reagenzien und er enthält bevorzugt keine vorstehenden Vorrichtungen, Ablenkplatten oder Impeller.

**[0019]** Das Propylen und Halogen können im CSTR-Bereich, oder bevor sie in den CSTR-Bereich eintreten, gemischt werden, solange sie nicht später als sofort nach deren Eintritt in den CSTR-Bereich gut miteinander mikrogemischt sind. Gutes Mikromischen kann erreicht werden durch sich kreuzende Ströme von Propylen und Halogen, welche bezogen auf einander eine hohe Scherbewegungskraft aufweisen, entweder im CSTR-Bereich oder in den zum CSTR-Bereich führenden Rohren. Z. B. sollten sich die beiden Ströme gegenseitig beinahe sofort schneiden, nachdem sie die Einspritzöffnungen verlassen haben, wenn Propylen und Halogen separat in den CSTR-Bereich eingespritzt werden. Wenn der Reaktor kein adäquates Mikromischen bereitstellt, werden große Mengen von Kohlenstoff erzeugt.

**[0020]** Die Einlassöffnungen in den CSTR-Bereich leiten den Reagenzstrom bevorzugt nicht zum Auslass hin, welcher zum Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich führt. Der Winkel zwischen der Flussrichtung, unter der Reagenzien in den CSTR-Bereich eintreten, und der Flussrichtung, unter der das Reaktionsgemisch den CSTR-Bereich verlässt (oder die Flussrichtung in den und im Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich) ist bevorzugt nicht größer als 90°.

**[0021]** Es kann auch wünschenswert sein, eine kleinere Menge Verdünner in den CSTR-Bereich zuzuführen, um die gewünschte Reaktionstemperatur beizubehalten. Der Verdünner ist bevorzugt entweder Halogenwasserstoff oder ein Gas, welches bezogen auf die Reagenzien und das Reaktorgefäß unter Reaktionsbedingungen inert ist. Beispiele von geeigneten inerten Verdünnern schließen Stickstoff, Helium und andere Edelgase ein. Das molare Verhältnis von Verdünner zu Reagenzien in den Zuführungsströmen beträgt bevorzugt weniger als 3 : 1, sehr bevorzugt weniger als 2 : 1 und am meisten bevorzugt weniger als 1 : 1. Das molare Verhältnis von Verdünner zu Reagenzien in den Zuführungsströmen kann 0 : 1 betragen, aber wenn ein Verdünner verwendet wird, beträgt das Verhältnis bevorzugt wenigstens 0,01 : 1, sehr bevorzugt wenigstens 0,05 : 1 und am meisten bevorzugt wenigstens 0,1 : 1.

**[0022]** Die durchschnittliche Verweildauer im CSTR-Bereich ist bevorzugt derart gewählt, dass die Halogenisierungsreaktion zu nicht mehr als 90% im CSTR-Bereich vollendet ist (gemessen am Verbrauch von Chlor, was durch Messen der Temperaturerhöhung approximiert werden kann). Die Halogenisierungsreaktion ist bevorzugt zu wenigstens ungefähr 50% im CSTR-Bereich vollendet und sehr bevorzugt zu wenigstens ungefähr 75% im CSTR-Bereich vollendet. Die Konzentration von nicht zur Reaktion gebrachtem Halogen im Ausfluss des CSTR-Bereichs beträgt bevorzugt wenigstens 10% der Chlorkonzentration in den Reagenzien, welche in den CSTR-Bereich eingespritzt sind. Die Konzentration von nicht zur Reaktion gebrachtem Halogen beträgt sehr bevorzugt nicht mehr als ungefähr 50% der Konzentration in den anfänglichen Reagenzien und am meisten bevorzugt nicht mehr als ungefähr 25% der Konzentration in den anfänglichen Reagenzien.

**[0023]** Ausfluss vom CSTR-Bereich fließt in einen Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich. Der Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich ist ein einfacher rohrförmiger Reaktor. Die Temperaturbedingungen im Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich unterliegen den gleichen Einschränkungen und bevorzugten Ausführungsformen wie der CSTR-Bereich. Die Verweildauer im Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich ist bevorzugt ausreichend, um im Wesentlichen alles verbleibende Chlor im Reaktionsgemisch zu verbrauchen.

**[0024]** Das Verhältnis zwischen dem Volumen im CSTR-Bereich und dem Gesamtvolumen von CSTR-Bereich und Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich beträgt bevorzugt 0,1 : 1 bis 0,9 : 1 und sehr bevorzugt 0,4 : 1 bis 0,85 : 1. Das Verhältnis von internem Durchmesser des sphärischen Abschnitts zu internem Durchmesser des rohrförmigen Abschnitts beträgt bevorzugt 1,4 : 1 bis 5 : 1. Ausfluss des CSTR-Bereichs fließt direkt in den Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich, ohne durch andere Rohre oder Transportmittel durchzufließen, um den Bedarf, das Reagenz zu kühlen und dann wieder zu heizen, zu minimieren.

**[0025]** Die gesamte Verweildauer von Reagenzien im Reaktor beträgt bevorzugt durchschnittlich 0,3 Sekunden bis 7 Sekunden. Die optimale Reaktionszeit variiert abhängig von den Reaktionsbedingungen und kann durch eine gewöhnliche Fachperson leicht bestimmt werden.

**[0026]** Bezug nehmend auf die Zeichnungen wird Propylen in einen sphärischen Abschnitt (**1**) durch Leitungen (**3**) eingespritzt. Das Einspritzen erfolgt weder tangential zur Reaktorwand noch orthogonal zur Reaktorwand, sondern zwischen diesen zwei Extremen, wie in **Fig.** 2 gezeigt. Chlor wird in den sphärischen Abschnitt (**1**) durch Leitungen (**4**) eingespritzt. Die Propylen- und Chlorströme kreuzen sich gegenseitig innerhalb des sphärischen Abschnitts (**1**) beinahe sofort, nachdem sie die Einlässe verlassen. Die Ströme mischen sich und reagieren teilweise im sphärischen Abschnitt (**1**). Ausfluss aus dem sphärischen Abschnitt fließt in den rohrförmigen Abschnitt (**2**). Der Ausfluss enthält immer noch eine substanzielle Konzentration von molekularem Chlor. Er weist eine Temperatur von ungefähr 450°C auf. Das Chlor reagiert im rohrförmigen Abschnitt (**2**), bis die Konzentration von molekularem Chlor am Ende des rohrförmigen Reaktors bei ungefähr 0 liegt. Der Produktstrom wird durch die Auslässe (**5**) herausgenommen.

**[0027]** Selbstverständlich sollte der Reaktor aus Materialien aufgebaut sein, welche die Reaktion nicht stören oder sich unter Reaktionsbedingungen nicht zersetzen. Beispiele geeigneter Materialien schließen ein: Glas und Nickellegierungen, wie beispielsweise INCONEL Chrom-Nickel-Legierung (hergestellt durch International Nickel Co.). Der Reaktor ist bevorzugt aus INCONEL aufgebaut.

**[0028]** Nach dem Entfernen von nicht zur Reaktion gebrachtem Propylen, Wasserstoffhalogen und sonstigem inerten Verdünner enthält der Produktstrom bevorzugt wenigstens ungefähr 80% Allylchlorid, sehr bevorzugt wenigstens ungefähr 84% Allylchlorid, äusserst bevorzugt wenigstens ungefähr 85% Allylchlorid und am meisten bevorzugt wenigstens ungefähr 86% Allylchlorid. Der Produktstrom enthält bevorzugt weniger als 2% Dichlorpropan und sehr bevorzugt weniger als 1% Dichlorpropan. Der Produktstrom enthält bevorzugt im Wesentlichen kein molekulares Chlor. Die Konzentration von nicht verbrauchtem molekularem Chlor beträgt bevorzugt nicht mehr als ungefähr 1 Gew.-%, sehr bevorzugt nicht mehr als ungefähr 0,5 Gew.-% und am meisten bevorzugt nicht mehr als ungefähr 0,1 Gew.-%.

**[0029]** Die Erfindung wird in den nachfolgenden Beispielen noch spezifischer gezeigt.

**[0030]** Die nachfolgenden Beispiele dienen nur zu Illustrationszwecken und sollen nicht dazu genommen werden, den Rahmen sowohl der Beschreibung oder der Ansprüche einzuschränken. Wenn nicht anders bezeichnet, sind alle Teile und Prozentsätze in Mol.

Beispiele 1–4

**[0031]** Zwei Glasreaktoren, welche einen ungefähr sphärischen CSTR-Bereich und einen rohrförmigen Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich in den in Tabelle I gezeigten Dimensionen aufweisen, wurden erzeugt. Die sphärischen CSTR-Bereiche hatten jeder Düsen mit einem Durchmesser von 0,5 mm für das Einspritzen von Propylen und Düsen mit einem Durchmesser von 0,5 mm für das Einspritzen von Chlor und zwar derart angeordnet, dass sich die Reagenzströme gegenseitig sofort nach Eintreten in den Reaktor treffen. Die Anzahl der Zuführungsdüsenpaare ist in Tabelle I aufgelistet.

**[0032]** Propylen, Chlor und Helium (als ein Verdünner) wurden in den in Tabelle I gezeigten Raten in den Reaktor eingespritzt. Das Helium wurde durch die Chlor-Zuführungs-Öffnung gleichzeitig mit dem Chlor eingespritzt. Propylen wurde auf die in Tabelle I gezeigte Temperatur vorgeheizt. Die Reaktoren wurden geheizt und isoliert, um die gewünschte Reaktionstemperatur beizubehalten. Die Verweildauer und Reaktortemperatur sind in Tabelle I gezeigt. Die Produkte wurden wiedergewonnen und durch Gaschromatographieanalyse (GC) analysiert, wobei ein Hewlett Packard 5890 Instrument mit einer J & W Scientific DB-1 Säule verwendet wurde. Das Gemisch der Produkte ist in Tabelle I gezeigt.

Tabelle I

| Beispiel | 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|---|
| Kugelvolumen (ccm) | 200.0 | 200.0 | 122.0 | 122.0 |
| Totales Volumen | 350.0 | 350.0 | 153.0 | 153.0 |
| Kugel-ID/Rohr-ID* | 1.8 | 1.8 | 5.0 | 5.0 |
| Einspritzdüsen (Paare) | 4.0 | 4.0 | 1.0 | 1.0 |
| P (abs. atm) | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| Propylene (SCCM)** | 1383.0 | 1383.0 | 1867.0 | 1383.0 |
| Cl2 (SCCM)** | 346.0 | 461.0 | 467.0 | 461.0 |
| He(SCCM)** | 487.0 | 485.9 | 779.0 | 50.0 |
| Reaktant-Vorheizen (°C) | 311.0 | 163.1 | 306.3 | 205.6 |
| Pr/Cl2 molar ratio | 4.0 | 3.0 | 4.0 | 3.0 |
| Verweildauer (s) | 3.7 | 3.8 | 0.8 | 1.8 |
| Reaktortemp. (°C) | 489.1 | 444.4 | 503.5 | 502.5 |
| % Selektivität*** | | | | |
| Allylchlorid | 84.06 | 84.49 | 86.44 | 85.25 |
| Dichlorpropan | 0.19 | 0.84 | 0.49 | 0.30 |
| cis-1,3-Dichlorpropen | 2.61 | 3.49 | 2.16 | 2.82 |
| trans-1,3-Dichlorpropen | 2.16 | 2.65 | 1.64 | 2.14 |
| 2-Chlorpropen | 2.40 | 2.64 | 3.01 | 2.54 |
| Unbekannt | 3.80 | 2.01 | 1.94 | 2.34 |
| Andere | 4.78 | 3.88 | 4.33 | 4.61 |

* ID = Innerer Durchmesser
** SCCM = Standard Kubikzentimeter pro Minute
*** % Selektivität basiert auf Mol von umgewandeltem Propylen

**Patentansprüche**

1. Reaktorgefäß, umfassend:
(1) einen sphärischen, ständig gerührten Tank-Reaktor (CSTR)-Bereich;
(2) einen direkt am CSTR-Bereich angebrachten rohrförmigen Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich;
(3) einen oder mehrere Einlässe zur Einspritzung von gasförmigen Reagenzien in den CSTR-Bereich; und
(4) einen oder mehrere Auslässe am rohrförmigen Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich zum Entnehmen eines gasförmigen Produktes, wobei der Einlass oder die Einlässe so angeordnet sind, dass der Fluss von Reagenzien weder tangential noch orthogonal zur Innenfläche des CSTR-Bereichs ist.

2. Reaktorgefäß nach Anspruch 1, wobei das Verhältnis zwischen dem Volumen im CSTR-Bereich und dem Gesamtvolumen von CSTR-Bereich und Längsdurchströmungs-Reaktor-Bereich 0,4 : 1 bis 0,85 : 1 beträgt.

3. Reaktor, nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Einlass oder die Einlässe in den CSTR-Bereich so ausgerichtet sind, dass der Winkel zwischen der Fließrichtung, unter der Reagenzien in den CSTR-Bereich eintreten, und der Fließrichtung, unter der das Reaktionsgemisch den CSTR-Bereich verlässt, nicht mehr als 90° beträgt.

4. Reaktor, nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Innenoberfläche der den CSTR-Bereich formenden Kammer glatte Oberflächen umfasst, außer für den Einlass oder die Einlässe für Reagenzien.

5. Reaktor, nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei als der eine oder die mehreren Einlässe mindestens ein erster und ein zweiter Einlass in den CSTR-Bereich vorgesehen sind, wobei der erste und zweite Einlass derart angeordnet sind, dass sich im Gebrauch ein über den ersten Einlass in den CSTR-Bereich eingespritzter Reagenzienstrom mit einem über den zweiten Einlass in den CSTR-Bereich eingespritzten Reagenzienstrom innerhalb des CSTR-Bereichs nahezu sofort kreuzt, nachdem die Ströme aus den Einlässen hervortreten.

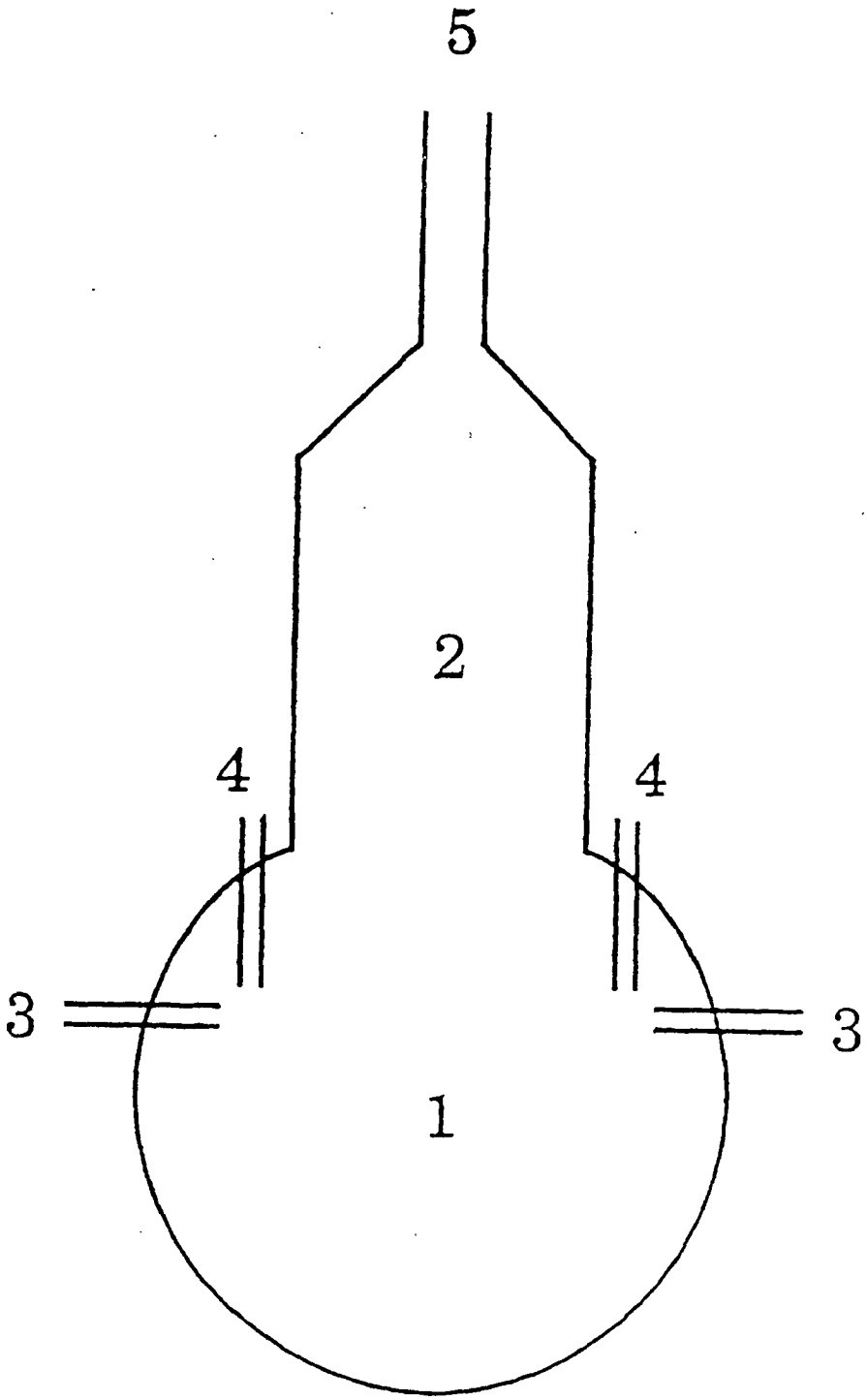
6. Reaktor, nach einem der vorhergehenden Ansprüche, umfassend ein Mittel zum Mischen von zwei oder mehreren Reagenzienströmen, bevor die zwei oder mehreren Reagenzströme in den CSTR-Bereich übergehen.

7. Reaktor, nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Verhältnis vom inneren Durchmesser des CSTR-Bereichs zum inneren Durchmesser des rohrförmigen Längsdrurchströmungs-Reaktor-Bereichs 1,4 : 1 bis 5 : 1 beträgt.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

**Anhängende Zeichnungen**

Figur 1



Figur 2

