СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1373314 A3

(51) 4 C 07 C 19/045, 17/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ВСЕСОЮЗНАЯ ПАТЕНТНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БИБЛИОТЕКА 13

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(21) 3828799/23-04
(22) 25.12.84
(31) P 3347153.3
(32) 27.12.83
(33) DE
(46) 07.02.88. Бюл. № 5
(71) Хехст АГ (DE)
(72) Йоахим Хундек, Венцель Кюн, Харальд Шольц и Иво Шаффельхофер (DE)
(53) 547.412.2.07(088.8)
(56) Патент СССР по заявке № 3679916/04, кл. C 07 C 19/075, 26.02.86.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1,2-ДИХЛОРЭТАНА

(57) Изобретение относится к галогеналканам, в частности к способу получения 1,2-дихлорэтана (ДЭ), применяемого в качестве растворителя и полупродукта в промышленности основного органического синтеза. Цель - сокращение расхода катализатора и упрощение технологии процесса. Получение ДЭ ведут из этилена и хлора в среде ДЭ в качестве растворителя при 20-70°С и 1,3-6 ат в присутствии катализатора (КТ), состоящего из безводного $FeCl_3$ и NH_3 [молярное соотношение (1-1,03):1], при его концентрации 0,002-0,3 мас.% (в расчете на растворитель) с использованием O_2 или воздуха (в качестве ингибитора для уменьшения образования побочных продуктов реакции). Для достижения цели ДЭ отгоняют в перегонной колонне до начала выделения КТ и 50-80 мас.% ДЭ, оставшегося в нижней части колонны, возвращают в реакционную зону что позволяет исключить стадию фильтрования и адсорбционного выделения КТ и уменьшить его расход.

(19) SU (11) 1373314 A3

Изобретение относится к способу получения 1,2-дихлорэтана, находящего применение в качестве растворителя и пролупродукта в промышленности основного органического синтеза.

Цель изобретения - сокращение расхода катализатора и упрощение технологии процесса.

Пример 1. В цилиндрический реактор, объем которого составляет 25 м^3, загружают 20000 л 1,2-дихлоэтана. Реактор содержал в нижней части насадку из стальных колец Рашига. В реакционной жидкости содержался смешанный катализатор,состоящий из хлорида железа (Ш) и эквивалентного к нему количества аммиака, причем содержание хлорида железа (Ш) составляло 137 мг/кг. Это соответствует 0,0137 мас.% от количества растворителя 1,2-дихлорэтана.При давлении 1,3 ат в головной части реактора и температуре реакционной смеси 40°С в реактор вводят каждый час 2326 кг этилена и 5884 кг газообразного хлора, который дополнительно содержит приблизительно 3,5 об.% инертного газа, а также 20 м^3 воздуха в качестве ингибитора, предназначенного для уменьшения образования побочных продуктов, и 40 л аммиака.

Обработку реакционной смеси производят с помощью двухстадийной перегонки.Из первой перегонной колонны при атмосферном давлении отводят из головной части 8173 кг/ч 1,2-дихлорэтана со степенью чистоты 99,9%.Образующийся в нижней части первой перегонной колонны продукт направляют во вторую перегонную колонну,которая работает при пониженном давлении.Дистиллят второй перегонной колонны возвращают в первую перегонную колонну, а содержащий железо и высококипящие компоненты материал,образующийся в нижней части колонны,направляют в установку для сжигания.

Количество дистиллята,непрерывно возвращаемого из второй в первую дистилляционную колонну, регулируется прибором для измерения потока таким образом, при этом отводят в качестве целевого продукта 8173 кг/ч 1,2-дихлорэтана, что соответствует выходу 99,6% в расчете на этилен и хлор. Рециркуляцию катализатора осуществляют тем,что часть образующегося в нижней части первой перегонной колонны продукта возвращают с помощью насоса в реактор. Направляемое без рециркуляции катализатора из нижней части первой колонны во вторую перегонную колонну количество составляет приблизительно 400 кг/ч. При рециркуляции образующегося в нижней части колонны продукта в реактор возвращают кроме катализатора и высококипящие компоненты и количество побочных продуктов в реакционном цикле увеличивается.Таким образом, в ходе процесса материальный баланс постоянно изменяется, вследствие чего он не может быть указан однозначно.

После многодневной 50%-ной рециркуляции образующегося в нижней части колонны продукта, в нижней части первой перегонной колонны образуется приблизительно 540 кг/ч продукта, из которых приблизительно 270 кг/ч возвращаются в реактор, в то время как при 80%-ной рециркуляции из первой перегонной колонны можно было отвести приблизительно 750 кг/ч, из которых около 150 кг/ч направляют во вторую перегонную колонну, а приблизительно 600 кг/ч возвращают в реактор.

Содержание хлорида железа (Ш) в процессе осуществления способа изменяется лишь незначительно, поскольку в результате коррозии стального наполнителя дополнительно образуется приблизительно 30% количества катализатора (приблизительно 300 кг/ч $FeCl_3$) и взаимодействует с указанным количеством аммиака (40 л/ч), что соответствует первоначально примененной смеси катализаторов.В соответствии с этим мольное отношение хлорида железа (Ш) к аммиаку или хлориду аммония (из-за присутствия хлористого водорода, образующегося в результате побочных реакций при хлорировании этилена) составляет 1,0-1,03:1.

Стальной наполнитель расходуется постепеннно. Приблизительно через 2 мес уже образовалось около 200 г/ч хлорида железа (Ш) и приблизительно 80% количества катализатора необходимо вводить в результате рециркуляции продукта, образующегося в нижней части колонны. Вводимое количество аммиака уменьшают до 25-30 л/ч.Температуру в реакторе подлерживают на

уровне 20-70°С, а давление составляет максимум 1,6 ат.

При дальнейшем осуществлении опыта вместо газообразного хлора применяют жидкий хлор, а давление в реакторе повышают приблизительно до 6 ат. Скорость коррозии наполнителя уменьшается, вследствие чего хлорид железа (Ш), растворенный в находящейся в реакторе жидкости, необходимо дозировать. При концентрации хлорида железа (Ш) около 70 мг/кг (0,007 мас.%) в реакционную смесь вводят приблизительно 50% катализатора в результате рециркуляции продукта, образующегося в нижней части колонны. Температура, при которой проводят реакцию, составляет приблизительно 30°С, а мольное отношение подаваемого количества хлорида железа (Ш) к аммиаку составляет приблизительно 1,0:1.

Через 96 ч выход 1,2-дихлорэтана составил 99,6% в расчете на примененное количество этилена. В заключение варьируют концентрацию катализатора и вводят катализатор в минимальной концентрации 23 мг $FeCl_3$/кг растворителя (0,0023 мас.%), а также в максимальной концентрации 2950 мг $FeCl_3$/кг растворителя (0,295 мас.%).

Предложенный способ позволяет упростить процесс за счет исключения стадии отфильтровывания катализатора или его адсорбционного выделения по сравнению с известным. Кроме того, регенерированный катализатор согласно известному способу, возвращаемый в повторный цикл, быстрее теряет свою активность (вследствие потерь аммиака и других причин), что приводит к большему расходу такого катализатора и дополнительному введению израсходованных компонентов катализатора.

Формула изобретения

Способ получения 1,2-дихлорэтана путем взаимодействия этилена и хлора при температуре 20-70°С и давлении 1,3-6 ат в среде 1,2-дихлорэтана в качестве растворителя в присутствии катализатора, состоящего из безводного трихлорида железа и аммиака, взятых в молярном соотношении 1-1,03:1, при концентрации катализатора 0,002-0,3 мас.% в расчете на растворитель с использованием кислорода или воздуха как ингибитора для уменьшения образования побочных продуктов реакции и отделением 1,2-дихлорэтана от реакционной массы перегонкой, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью сокращения расхода катализатора, из реакционной массы отгоняют в перегонной колонне 1,2-дихлорэтан до начала выделения катализатора и 50-80 мас.% оставшегося в нижней части колонны жидкого продукта возвращают в реакционную зону.

Составитель Н.Гозалова
Редактор В.Данко Техред А.Кравчук Корректор А.Тяско

Заказ 501/57 Тираж 370 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4