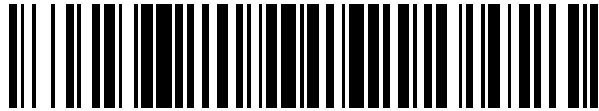


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 899 156**

51 Int. Cl.:

**C07C 315/00** (2006.01)

**C07C 317/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.02.2020 PCT/EP2020/052970**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.08.2020 WO20161228**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.02.2020 E 20702806 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.08.2021 EP 3774726**

54 Título: **Proceso para producir sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo**

30 Prioridad:

**08.02.2019 EP 19156196**  
**08.02.2019 US 201962803045 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**10.03.2022**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)**  
**Carl-Bosch-Strasse 38**  
**67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**GAO, JUN;**  
**THIEL, INDRE;**  
**SCHUETZ, CHRISTIAN;**  
**METZGER, LUKAS;**  
**BEY, OLIVER y**  
**BLEI, STEFAN**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 899 156 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

Proceso para producir sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo

5 La invención se relaciona con un proceso para producir sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo que también es llamado benceno 1-cloro-4(4-clorofenil)sulfinilo o sulfóxido bis(4-clorofenil).

10 El sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo (en adelante DCDPSO) se puede usar como un precursor para producir sulfona de 4,4'-diclorodifenilo que se usa, por ejemplo, como un monómero para preparar polímeros tales como éteres de poliárileno como polisulfona, poliéter sulfona o polifenileno sulfona o como un intermedio de productos farmacéuticos, tintes y pesticidas.

15 Se conocen muchos procesos para la producción de DCDPSO. Un proceso es una reacción de Friedel-Crafts con cloruro de tionilo y clorobenceno como materiales de partida en presencia de un catalizador, por ejemplo cloruro de aluminio. En general, la reacción del cloruro de tionilo y el clorobenceno se da a conocer como una primera parte en la producción de sulfona de 4,4'-diclorodifenilo, en donde un producto de reacción intermedio se obtiene por la reacción de cloruro de tionilo y clorobenceno que se hidroliza a una temperatura elevada y posteriormente se oxida para producir sulfona de 4,4'-diclorodifenilo.

20 Los procesos generales para la producción de azufre que contiene compuestos de diarilo se divulgan, por ejemplo, en Sun, X. et al, "Investigations on the Lewis-acids-catalysed electrophilic aromatic substitution reactions of thionyl chloride and selenyl chloride, the substituent effect, and the reaction mechanisms", Journal of Chemical Research 2013, pages 736 to 744, Sun, X. et al, "Formation of diphenyl sulfoxide and diphenyl sulfide via the aluminum chloride-facilitated electrophilic aromatic substitution of benzene with thionyl chloride, and a novel reduction of sulfur(IV) to sulfur(II)", Phosphorus, Sulfur, and Silicon, 2010, Vol. 185, pages 2535-2542 y Sun, X. et al., "Iron(II) chloride (FeCl<sub>3</sub>)-catalyzed electrophilic aromatic substitution of chlorobenzene with thionyl chloride (SOCl<sub>2</sub>) and the accompanying auto-redox in sulfur to give diaryl sulfides (Ar<sub>2</sub>S): Comparison to catalysis by aluminum chloride (AlCl<sub>3</sub>)", Phosphorus, Sulfur, and Silicon, 2017, Vol. 192, No. 3, pages 376 to 380. En estos artículos se comparan diferentes condiciones de reacción y catálisis.

30 Las reacciones de acilación de Friedel-Crafts del cloruro de tionilo y del clorobenceno en presencia del catalizador ácido de Lewis como parte en la producción de 4,4'-diclorodifenilsulfona se divulgan por ejemplo en CN-A 108047101, CN-A 102351756, CN-A 102351757, CN-A 102351758 o CN-A 104557626.

35 Un proceso de dos etapas para producir sulfona de 4,4'-diclorodifenilo donde en la primera etapa se produce DCDPSO se divulga en CN-B 104402780. Para producir DCDPSO, se describe una reacción de Friedel-Crafts para llevarse a cabo a 20 a 30 °C usando cloruro de tionilo y clorobenceno como materia prima y cloruro de aluminio anhidro como catalizador. La reacción de Friedel-Crafts es seguida por enfriado, hidrólisis, calentamiento y reflujo. Se describe además que después que se termina el reflujo, la mezcla de reacción se enfría y el DCDPSO se precipita en forma de cristales blancos que se filtran. Después el DCDPSO se oxida para obtener sulfona de 4,4'-diclorodifenilo.

45 El documento SU-A 765262 también divulga un proceso de dos etapas para producir sulfona de 4,4'-diclorodifenilo donde en la primera etapa se obtiene DCDPSO mediante una reacción de Friedel-Crafts usando cloruro de tionilo y clorobenceno en presencia de cloruro de aluminio a una temperatura en el intervalo de -10 a 50°C. De acuerdo con los ejemplos, la mezcla obtenida en la reacción de Friedel-Crafts se vierte sobre una solución acuosa al 3% de ácido clorhídrico y se calienta para disolver completamente el DCDPSO en el clorobenceno que se agrega en exceso. Después de la separación en dos fases, la fase orgánica se lava y se enfría después para precipitar el DCDPSO. En un ejemplo el ácido clorhídrico se obtiene mediante atrapamiento del cloruro de hidrógeno desarrollado en la reacción Friedel-Crafts.

50 Es un objetivo de la presente invención proveer un proceso confiable y de energía eficiente para producir DCDPSO con una cantidad reducida de impurezas, particularmente con una cantidad reducida de isómeros como sulfóxido de 2,4'-diclorodifenilo, 3,4'-diclorodifenilsulfóxido y sulfóxido de 2,2'-diclorodifenilo.

55 Este objetivo se logra mediante un proceso para producir DCDPSO que comprende:

(I) hacer reaccionar cloruro de tionilo, clorobenceno y cloruro de aluminio en una proporción molar de cloruro de tionilo: clorobenceno: cloruro de aluminio de 1:(6 a 9):(1 a 1,5) a una temperatura en el intervalo de 0 a debajo de 20 °C, formando un producto de reacción intermedio y cloruro de hidrógeno;

60 (II) mezclar ácido clorhídrico acuoso y el producto de reacción intermedia a una temperatura en el intervalo de 70 a 110 °C para obtener una fase orgánica que comprende DCDPSO y una fase acuosa;

65 (III) enfriar la fase orgánica que comprende el DCDPSO a una temperatura por debajo del punto de saturación de DCDPSO para obtener una suspensión que comprenda DCDPSO cristalizado, en donde el enfriado de la fase orgánica se lleva a cabo en un recipiente cerrado hermético al gas mediante:

- 5 (i) reducir la presión en el recipiente cerrado hermético al gas;  
 (ii) evaporar el disolvente;  
 (iii) condensar el disolvente evaporado mediante enfriado;  
 (iv) regresar el disolvente condensado al recipiente cerrado hermético al gas;

10 (iv) separación sólido-líquido de la suspensión para obtener una humedad residual que contenga el DCDPSO sólido, en donde la humedad residual que contiene el DCDPSO sólido comprende el DCDPSO cristalizado y la disolución madre.

Mediante este proceso se obtiene el sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo que contiene menos que 0,5 % en peso de isómeros con base en la cantidad total de todos los isómeros de sulfóxido de diclorodifenilo.

15 Existe una ventaja adicional de este proceso que el producto de reacción que comprende DCDPSO es esencialmente libre de cloruro de aluminio usado como catalizador. "Esencialmente libre" en este contexto significa que solo existen trazas de cloruro de aluminio, si se detectan, en el producto obtenido del proceso, preferentemente, la cantidad de cloruro de aluminio es de 0 a 100 ppm, particularmente menor que 50 ppm.

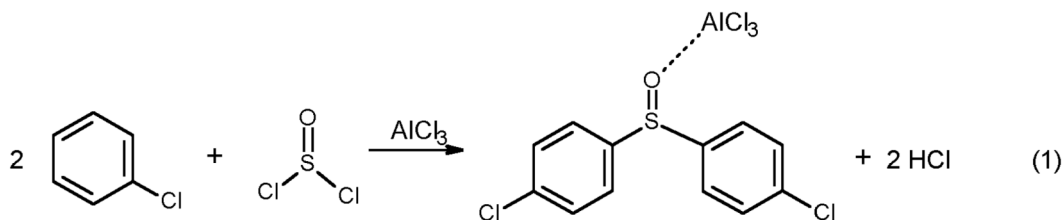
20 Para obtener el DCDPSO, en la reacción (I) cloruro de tionilo, clorobenceno y cloruro de aluminio se alimentan en un reactor en una proporción molar de cloruro de tionilo: clorobenceno: cloruro de aluminio de 1:(6 a 9):(1 a 1,5), preferentemente en una proporción molar de cloruro de tionilo:clorobenceno:cloruro de aluminio de 1:(6 a 8): (1 a 1,2) y particularmente en una proporción molar de cloruro de tionilo: clorobenceno: cloruro de aluminio de 1:(6 a 7):(1 a 1,1).

25 El reactor puede ser cualquier reactor que permita mezclar y hacer reaccionar los componentes alimentados en el reactor. Por ejemplo, un reactor adecuado es un reactor de tanque agitado o un reactor de bucle a chorro. Si se usa un reactor de tanque agitado, el agitador es preferentemente un agitador transportado de manera axial, por ejemplo un agitador de cuchilla oblicua. La reacción se puede operar ya sea de forma continua o por lotes. Preferentemente, la reacción se opera por lotes.

30 El cloruro de tionilo, el clorobenceno y el cloruro de aluminio se pueden agregar simultánea o sucesivamente. Por razones de facilidad para llevar a cabo la reacción - en particular en el caso de la reacción por lotes - preferentemente, el cloruro de aluminio y el clorobenceno se alimentan primeramente en el reactor y después se agrega el cloruro de tionilo al cloruro de aluminio y el clorobenceno. En este caso el cloruro de aluminio y el clorobenceno se pueden agregar simultáneamente o uno después del otro. Sin embargo, en cada caso es preferente mezclar el cloruro de aluminio y el clorobenceno antes de agregar el cloruro de tionilo. Se prefiere particularmente alimentar primero el cloruro de aluminio y el clorobenceno en el reactor y el cloruro de tionilo se agrega al cloruro de aluminio y al clorobenceno. Durante la reacción se forma el cloruro de hidrógeno (HCl) - usualmente en forma gaseosa - que se retira al menos parcialmente del reactor. El flujo volumétrico para agregar el cloruro de tionilo depende típicamente de la disipación de calor y la tasa de flujo del gas retirado del reactor.

45 El clorobenceno que se agrega en exceso en el reactor y, por lo tanto, solo se convierte parcialmente durante la reacción química, sirve también como un disolvente para los productos de reacción. En cualquier etapa del proceso en que se usa un disolvente, el disolvente es preferentemente clorobenceno. Debido a las condiciones de reacción en el contexto de la presente invención, la persona experta en la técnica apreciará que el término "clorobenceno" significa monoclorobenceno que puede contener trazas de impurezas.

50 El cloruro de tionilo y el clorobenceno reaccionan en presencia del cloruro de aluminio en el cual se forma un producto de reacción intermedia y cloruro de hidrógeno. El producto de reacción intermedio comprende aducto de sulfóxido de 4,4'-diclorodifenil- $\text{AlCl}_3$ . El cloruro de aluminio generalmente puede reaccionar como catalizador. La reacción química se puede representar esquemáticamente por la siguiente ecuación de reacción química (1):



55 La reacción (I) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 0 a debajo de 20 °C, preferentemente a una temperatura en el intervalo de 3 a 15 °C y particularmente en el intervalo de 5 a 12 °C.

De ese modo la reacción se puede llevar a cabo a una temperatura constante o casi constante. También es posible llevar a cabo la reacción a temperaturas diversas dentro de los intervalos descritos, por ejemplo, empleando un perfil

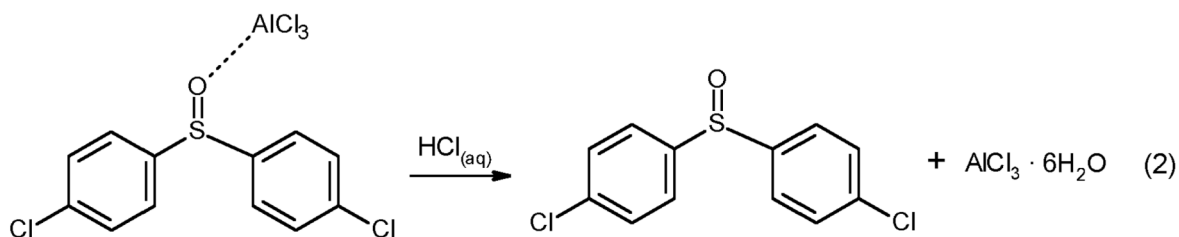
de temperatura sobre el tiempo de reacción o el reactor.

El periodo de reacción depende generalmente de las cantidades de reactante usados y aumenta con el aumento de las cantidades los reactante. Después que el agregado de cloruro de tionilo a la mezcla de cloruro de aluminio y clorobenceno está completo, la reacción continúa preferentemente durante 10 a 120 min, más preferentemente de 20 a 50 min después que se alimenta la cantidad total de cloruro de tionilo en el reactor.

Independientemente de que la reacción se opere de forma continua o por lotes, la tasa de flujo del cloruro de tionilo se selecciona de forma tal que el calor generado por la reacción se puede disipar del reactor mediante dispositivos de enfriado adecuados para mantener la temperatura en el reactor dentro de un intervalo predefinido.

El cloruro de hidrógeno (HCl) producido en la reacción está usualmente en forma gaseosa y al menos parcialmente extraído del reactor. En tanto que se puede poner para otros usos en forma gaseosa, preferentemente, el cloruro de hidrógeno extraído de la reacción se mezcla con agua para producir ácido clorhídrico acuoso.

Después de la reacción, el producto de reacción intermedio se mezcla con ácido clorhídrico acuoso. Por razones de energía así como de eficiencia de la producción y de sustentabilidad, se prefiere particularmente, el ácido clorhídrico acuoso se produce del cloruro de hidrógeno extraído de la reacción (1). Al mezclar el producto de reacción intermedio con el ácido clorhídrico acuoso puede tener lugar la hidrólisis del producto de reacción intermedio. Se obtiene un producto de reacción crudo que comprende DCDPSO. El producto de reacción crudo puede comprender también cloruro de aluminio que está usualmente en forma hidratada, usualmente como  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . La hidrólisis se puede representar esquemáticamente por la ecuación de reacción (2):



La temperatura en que se lleva a cabo la hidrólisis está en el intervalo de 70 a 110 °C, preferentemente en el intervalo de 80 a 100 °C y particularmente en el intervalo de 80 a 90 °C. El periodo de reacción de la hidrólisis después que todos los componentes para la hidrólisis se agregan preferentemente están en el intervalo de 30 a 120 min, más preferentemente en el intervalo de 30 a 60 min y particularmente en el intervalo de 30 a 45 min. Este periodo de reacción es suficiente para la hidrólisis del producto de reacción intermedio para obtener el DCDPSO. Para facilitar la hidrólisis y completarla lo más rápido posible, la mezcla se puede agitar, preferentemente la mezcla se remueve. Después de terminar la hidrólisis, la mezcla se separa en una fase acuosa que comprende el  $\text{AlCl}_3$  y una fase orgánica que comprende DCDPSO disuelto en el clorobenceno en exceso. En caso de que la mezcla se remueva, se detiene la remoción para permitir que la mezcla se separe.

El ácido clorhídrico acuoso puede tener cualquier concentración. Sin embargo, una concentración del ácido clorhídrico por arriba de 3 % en peso mejora la solubilidad del cloruro de aluminio. Preferentemente, el ácido clorhídrico acuoso usado en la hidrólisis tiene una concentración en el intervalo de 3 a 12 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 6 a 12 % en peso y se prefiere particularmente en el intervalo de 10 a 12 % en peso. Todas las concentraciones de ácido clorhídrico en % en peso anteriormente citadas y en lo sucesivo se basan en la cantidad total de cloruro de hidrógeno y agua en el ácido clorhídrico acuoso. Una ventaja de una concentración mayor, particularmente de una concentración en el intervalo de 10 a 12 % en peso es que la densidad de la fase acuosa aumenta y la fase acuosa forma, de este modo, la fase inferior mientras que la fase superior está en la fase orgánica que comprende el DCDPSO, en lo sucesivo también denominada como "fase orgánica". Esto permite un drenado más fácil de la fase acuosa para obtener la fase orgánica. Además, la alta concentración permite una menor cantidad de agua para extraer el cloruro de aluminio. Una alta concentración de ácido clorhídrico acuoso además resulta en una separación de fase más rápida.

La cantidad de ácido clorhídrico acuoso usado en (II) preferentemente es tal que ningún cloruro de aluminio se precipita y que además se forman dos fases líquidas, la fase inferior es la fase acuosa y la fase orgánica es la fase superior. Para lograr esto, la cantidad de ácido clorhídrico acuoso agregado a la mezcla de reacción preferentemente es tal que después de la hidrólisis la proporción en peso de la fase acuosa a la orgánica está en el intervalo de 0,6 a 1,5 kg/kg, más preferentemente en el intervalo de 0,7 a 1,0 kg/kg y particularmente en el intervalo de 0,8 a 1,0 kg/kg. Una menor cantidad de ácido clorhídrico acuoso puede resultar en precipitación de cloruro de aluminio. Particularmente, a altas concentraciones del ácido clorhídrico acuoso es necesaria una mayor cantidad para evitar la precipitación. Por lo tanto, la concentración de ácido clorhídrico acuoso se mantiene preferentemente debajo del 12 % en peso.

La reacción del cloruro de tionilo, clorobenceno y cloruro de aluminio y la mezcla con ácido clorhídrico acuoso y de este modo la hidrólisis se puede llevar a cabo en el mismo reactor o en diferentes reactores. Preferentemente, la reacción se lleva a cabo en un primer reactor y la hidrólisis en un segundo reactor. Si se usa un primer reactor y un segundo reactor, el primer reactor corresponde al reactor como se describió anteriormente. El segundo reactor también puede ser cualquier reactor para realizar una reacción por lotes y que permite el removido de los componentes en el reactor. Por lo tanto, el segundo reactor también es preferentemente un reactor de tanque agitado.

Ya sea que en un reactor, si la reacción y la hidrólisis se llevan a cabo en el mismo reactor, o el primer y el segundo reactores usados preferentemente estén diseñados de forma tal que la temperatura se pueda configurar para ajustar la temperatura en el reactor. Para este fin, es por ejemplo posible proveer una tubería dentro del reactor a través de la cual pueda fluir un medio de calentamiento o un medio de enfriado. Bajo el aspecto de facilitar el mantenimiento del reactor y/o la uniformidad del calentamiento, preferentemente, el reactor comprende una doble camisa a través de la que puede fluir el medio de calentamiento o de enfriado. Además de la tubería dentro del reactor o de la doble camisa, el calentamiento y/o el enfriado del o los reactores se puede realizar en cada forma conocida por una persona experta.

Si la reacción y la hidrólisis se llevan a cabo en diferentes reactores, se prefiere particularmente calentar el producto de reacción intermedia a una temperatura que esté por arriba del punto de solubilidad del producto de reacción intermedio en el disolvente después de que la reacción esté completada y antes de transportar el producto de reacción intermedio del primer reactor al segundo reactor. Debido al calentamiento del producto de reacción intermedio antes de transportarlo y alimentarlo en el segundo reactor, el producto de reacción intermedio se disuelve y se transporta un líquido sin componentes sólidos. Esto tiene la ventaja de que se evita la formación de incrustaciones del primer reactor.

El punto de solubilidad denota la temperatura de la mezcla de reacción en que el producto de reacción intermedio se disuelve completamente en el disolvente. Esta temperatura depende de la concentración del producto de reacción intermedio en el disolvente. A menor la concentración de DCDPSO en la fase orgánica, menor es la temperatura en que el producto de reacción intermedio se disuelve completamente en el disolvente.

Si se lleva a cabo la reacción y la hidrólisis en el mismo reactor, el ácido clorhídrico acuoso se alimenta en el reactor después de que la reacción se complete y después de que el producto de reacción intermedia se caliente a la temperatura de la hidrólisis. La tasa de flujo del ácido clorhídrico acuoso se establece preferentemente de forma tal que la temperatura de la hidrólisis se puede mantener en el intervalo especificado para la hidrólisis mediante templado del reactor. Si la reacción y la hidrólisis se llevan a cabo en diferentes reactores, se prefiere alimentar primero el ácido clorhídrico acuoso en el segundo reactor y agregar el producto de reacción intermedio al ácido clorhídrico acuoso. En caso de que la tasa de flujo de agregado del producto de reacción intermedio en el segundo reactor se establezca de forma tal que la temperatura en el segundo reactor se mantenga dentro de los límites de la temperatura especificada para la hidrólisis mediante templado del reactor.

Para extraer el ácido clorhídrico acuoso y restos del cloruro de aluminio de la fase orgánica, la fase orgánica obtenida en (II) preferentemente se separa y se lava con un líquido de extracción antes de enfriarlo (III).

La separación de fase posterior a la hidrólisis se puede llevar a cabo en el reactor en que tuvo lugar la hidrólisis o en un recipiente separado para la separación de fase. Bajo el aspecto de menos complejidad, la separación de fase se lleva a cabo preferentemente en el reactor en que tiene lugar la hidrólisis. Después que la separación de fase se completa, la fase acuosa y la fase orgánica se extraen por separado del recipiente en que tuvo lugar la separación de fase, preferentemente el reactor en que se realizó la hidrólisis. Usando el ácido clorhídrico acuoso que tiene una concentración mayor para extraer el cloruro de aluminio, el ácido clorhídrico acuoso que tiene particularmente una concentración en el intervalo de 10 a 12 % en peso de forma que la densidad de la fase acuosa aumenta y la fase acuosa forma de este modo la fase inferior, tiene la ventaja adicional que para facilitar el drenado de la fase acuosa se puede llevar a cabo la fase orgánica en el mismo aparato que la hidrólisis.

Después de separarse, la fase orgánica se lava para extraer el cloruro de aluminio residual y el ácido clorhídrico. El líquido de extracción usado para lavar la fase orgánica es preferentemente agua. Particularmente preferido, el agua que se usa para lavar la fase orgánica se separa después de lavar y se mezcla con el cloruro de hidrógeno obtenido en (I) para obtener el ácido clorhídrico acuoso.

El lavado se lleva a cabo preferentemente en un recipiente de lavado separado. Sin embargo, también es posible extraer solo la fase acuosa del reactor en que tuvo lugar la hidrólisis y llevar a cabo la etapa de lavado en el reactor en que tuvo lugar la hidrólisis. Si se lleva a cabo el lavado en un recipiente de lavado por separado, se puede usar cualquier recipiente en que se pueda lavar una fase orgánica. El recipiente de lavado usualmente comprende medios para mezclar de forma estrecha la fase orgánica con el líquido de extracción. Preferentemente, el recipiente de lavado es un tanque agitado en que la fase orgánica y el líquido de extracción se alimentan y después se mezclan.

Si la separación de fase se lleva a cabo en un recipiente para separación de fase, el lavado puede llevarse a cabo en un recipiente de lavado o, alternativamente, en el recipiente para separación de fase. Si la separación de fase y el lavado se llevan a cabo en el mismo recipiente, es necesario proveer los medios para mezclar la fase orgánica con el

Líquido de extracción después de drenar la fase acuosa que se separó de la fase orgánica.

5 El lavado se lleva a cabo preferentemente a una temperatura en el intervalo de 70 a 110 °C, más preferentemente en un intervalo de 80 a 100 °C y particularmente en un intervalo de 80 a 90 °C. Se prefiere particularmente que el lavado se lleve a cabo a la misma temperatura que la hidrólisis.

10 Generalmente, la cantidad de líquido de extracción que es preferentemente agua es suficiente para extraer todo, o esencialmente todo, el cloruro de aluminio de la fase orgánica. Bajo el aspecto de control de desechos se prefiere usualmente utilizar cuanto menos líquido de extracción como sea posible. La cantidad de agua usada para lavado se  
15 selecciona preferentemente de forma tal que se obtiene una proporción en peso de la fase acuosa a la orgánica en el intervalo de 0,3 a 1,2 kg/kg, más preferentemente en el intervalo de 0,4 a 0,9 kg/kg y particularmente en el intervalo de 0,5 a 0,8 kg/kg. En términos de sustentabilidad y para evitar un gran desperdicio de agua es preferible usar la menor cantidad de agua posible para la etapa de lavado. Se prefiere particularmente usar tal cantidad de agua que la fase  
20 acuosa completa de la etapa de lavado se pueda usar para generar el ácido clorhídrico acuoso en la concentración necesaria para la hidrólisis. Para este fin, el agua que se usa para lavar se separa y se mezcla con el cloruro de hidrógeno obtenido en la reacción para obtener el ácido clorhídrico acuoso. La mezcla del cloruro de hidrógeno y el agua se puede realizar, por ejemplo, en una columna de lavado en la que se alimenta el cloruro de hidrógeno gaseoso y el agua. Si se usa tal columna de lavado, el cloruro de hidrógeno y el agua se alimentan preferentemente a  
25 contracorriente. Además de una columna de lavado, se pueden usar todos los recipientes adicionales que permiten absorber el cloruro de hidrógeno en agua. De este modo, por ejemplo, es posible alimentar el agua en un recipiente e introducir el cloruro de hidrógeno en el agua. Para introducir el cloruro de hidrógeno en el agua, por ejemplo, se puede usar una tubería que se sumerja en el agua. Para distribuir el cloruro de hidrógeno en el agua, es posible proveer el extremo de la tubería sumergida en el agua con un cabezal de inmersión que tenga pequeños orificios a través de los  
30 cuales fluya el cloruro de hidrógeno en el agua. Como una alternativa, también se puede usar una frita para distribuir el cloruro de hidrógeno en el agua. Después de un periodo de lavado predeterminado, se detiene el mezclado para permitir que la mezcla se separe en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa y la fase orgánica se extraen por separado del recipiente de lavado. La fase orgánica comprende el DCDPSO disuelto en el clorobenceno en exceso como disolvente. El periodo de lavado predeterminado es preferentemente tan corto como sea posible para permitir tiempos de procesamiento totales cortos. Al mismo tiempo es necesario un tiempo suficiente para permitir extraer el cloruro de aluminio.

El proceso puede comprender uno o más de uno de tales ciclos de lavado. Usualmente un ciclo de lavado es suficiente.

35 Para separar el DCDPSO de la fase orgánica, la fase orgánica se enfría a una temperatura por debajo del punto de saturación del DCDPSO en (III) para obtener una suspensión que comprenda DCDPSO cristalizado (en lo subsecuente también llamado como "suspensión").

40 El punto de saturación denota la temperatura de la fase orgánica a que el DCDPSO empieza a cristalizar. Esta temperatura depende de la concentración del DCDPSO en la fase orgánica. A menor concentración del DCDPSO en la fase orgánica, menor es la temperatura en que empieza la cristalización.

45 El enfriado (III) para que la cristalización del DCDPSO se pueda llevar a cabo en cualquier aparato de cristalización o en cualquier otro aparato que permita el enfriado de la fase orgánica, por ejemplo, un aparato con superficies que se puedan enfriar tales como un recipiente o un tanque con camisa refrigerante, serpentines refrigerantes o deflectores refrigerantes como los llamados "deflectores de potencia".

50 El enfriado de la fase orgánica para la cristalización del DCDPSO se puede realizar ya sea de forma continua o por lotes. Para evitar la precipitación y la formación de incrustaciones en superficies enfriadas, el enfriado se lleva a cabo en un recipiente cerrado hermético al gas mediante

- (i) reducir la presión en el recipiente cerrado hermético al gas;
- (ii) evaporar el disolvente;
- (iii) condensar el disolvente evaporado mediante enfriado;
- (iv) regresar el disolvente condensado al recipiente cerrado hermético al gas.

60 Este proceso permite el enfriado de la fase orgánica sin superficies enfriadas sobre las cuales se acumule el DCDPSO cristalizado y forme una capa sólida. Esto mejora la eficiencia del proceso de enfriado. También, se pueden evitar esfuerzos adicionales para extraer esta capa sólida. Por lo tanto, se prefiere particularmente usar un recipiente cerrado hermético al gas sin superficies enfriadas.

65 Para evitar la precipitación del DCDPSO cristalizado se prefiere además agitar la fase orgánica en el aparato de cristalización. Por lo tanto, un aparato adecuado es, por ejemplo, un tanque agitado o un cristizador de tubo de

aspiración. Si el aparato de cristalización es un tanque agitado, se puede usar cualquier agitador. La entrada de poder hacia el cristizador mediante el dispositivo de agitado está preferentemente en el intervalo de 0,2 a 0,5 W/kg, más preferentemente en el intervalo de 0,2 a 0,35 W/kg. Preferentemente, se usa un tipo agitado que lleva a una entrada de poder más homogénea sin altos gradientes con relación a la disipación de energía local.

Para cristalizar el DCDPSO, es necesario proveer núcleos de cristal. Para proveer los núcleos de cristal es posible usar cristales desecados que se agregan a la fase orgánica o para agregar una suspensión que comprende DCDPSO particulado como núcleos de cristal. Si se usan cristales desecados pero los cristales son muy grandes, es posible moler los cristales en partículas más pequeñas que se pueden usar como núcleos de cristal. Además, también es posible proveer los núcleos de cristal necesarios mediante la aplicación de ultrasonido a la fase orgánica. Preferentemente, los núcleos de cristal se generan in situ en una etapa de inicialización. La etapa de inicialización comprende preferentemente seguir las etapas antes de establecer la presión reducida en la etapa (i):

- reducir la presión en el recipiente cerrado hermético al gas de forma tal que el punto de ebullición de la fase orgánica esté en el intervalo de 80 a 95 °C;

- evaporar el disolvente hasta que tenga lugar la formación inicial de sólidos;

- aumentar la presión en el recipiente y calentar la fase orgánica en el recipiente a una temperatura en el intervalo de 85 a 100 °C.

Al reducir la presión en el recipiente de forma tal que el punto de ebullición de la fase orgánica esté en el intervalo de 80 a 95 °C, más preferentemente en el intervalo de 83 a 92°C, la siguiente evaporación del disolvente lleva a una solución saturada y a la precipitación del DCDPSO. Al continuar el aumento de presión y calentar la fase orgánica en el recipiente cerrado hermético al gas a una temperatura en el intervalo de 85 a 100 °C, el DCDPSO empieza a disolverse de nuevo parcialmente. Esto tiene el efecto de que el número de núcleos de cristal se reduce lo que permite producir una cantidad menor de cristales con un mayor tamaño. El enfriado, particularmente al reducir la presión, se puede iniciar inmediatamente después de que se alcanza una temperatura predeterminada dentro de los intervalos anteriormente mencionados para evitar completar la disolución de los núcleos de cristales producidos. Sin embargo, también es posible empezar a enfriar después de un tiempo de reposo, por ejemplo de 0,5 a 1,5 h a la temperatura predeterminada.

Para generar los núcleos de cristales en la etapa de inicialización, es posible solo evaporar el disolvente hasta que tenga lugar la formación inicial de sólidos. También es posible condensar completamente el disolvente evaporado mediante enfriado y regresar todo el disolvente condensado al recipiente cerrado hermético al gas. Este último tiene el efecto de que el líquido en el recipiente cerrado hermético al gas se enfría y forma sólidos. Una mezcla de ambos enfoques, donde solo una parte del disolvente evaporado y condensado se regresa al recipiente hermético al gas, también es viable.

Si el enfriado y, de este modo, la cristalización del DCDPSO se llevan a cabo por lotes, se prefiere llevar a cabo las etapas (ii) a (iv) durante la reducción de presión en la etapa (i). Así, se prefiere particularmente reducir continuamente la presión en la etapa (i) hasta que la temperatura en el recipiente cerrado hermético al gas alcance un valor predefinido en el intervalo de 0 a 45 °C, preferentemente en el intervalo de 10 a 35 °C y particularmente en el intervalo de 20 a 30 °C. A estas temperaturas predefinidas la presión en el recipiente cerrado hermético al gas usualmente está en el intervalo de 2 a 35 kPa (20 a 350 mbares (abs)), más preferentemente en el intervalo de 2 a 20 kPa (20 a 200 mbares (abs)) y particularmente en el intervalo de 2 a 10 kPa (20 a 100 mbares (abs)). Después que se alcanza el valor de temperatura predefinido, la reducción de presión se detiene y después el recipiente cerrado hermético al gas se ventila hasta que se alcanza la presión ambiente. El perfil de temperatura en el recipiente cerrado hermético al gas se selecciona de forma tal que la fase orgánica se somete a una supersaturación constante. Estas condiciones se pueden lograr al adaptar el perfil de enfriado mientras que se mantiene la temperatura por debajo de la temperatura de saturación en la concentración respectiva de DCDPSO en la fase líquida. A detalle, el perfil de enfriado adaptado se selecciona, con base en los equilibrios de fase, la masa de los núcleos de cristal y el tamaño inicial de los núcleos de cristal. Además, para adaptar el perfil de enfriado, se asumen tasas de crecimiento constantes. Para determinar los datos para adaptar el perfil de enfriado, se pueden usar, por ejemplo, sondas de turbidez, sondas de índice de refracción o sondas ATR-FTIR. El perfil de temperatura y/o el perfil de presión, por ejemplo, puede ser escalonado, lineal o progresivo.

Para reducir la solubilidad del DCDPSO y de este modo aumentar el rendimiento del DCDPSO solidificado es necesario desplazar el punto de saturación. Es posible reducir continuamente la cantidad de disolvente a una temperatura constante, por ejemplo, mediante evaporación del disolvente, o al enfriar la fase orgánica a concentración constante. Dado que la reducción de la cantidad de disolvente resulta en una suspensión muy viscosa cuando se alcanza una cierta concentración crítica, se prefiere aumentar el rendimiento del DCDPSO solidificado parcialmente al reducir la cantidad de disolvente mediante evaporación posterior a reducir la temperatura. Para reducir la solubilidad del DCDPSO en la fase orgánica y mejorar la cristalización, es posible agregar adicionalmente al menos un agente de inmersión, por ejemplo, al menos un disolvente prótico como agua, un alcohol y/o un ácido, particularmente un ácido carboxílico o al menos un disolvente altamente no polar como un alcano lineal y/o cíclico. Con respecto a la facilidad

de elaboración, se prefieren los agentes de inmersión agua, metanol, etanol, ácido acético y/o ácido fórmico, particularmente agua y/o metanol.

5 Después de alcanzar la presión ambiente se extrae mediante enfriado la suspensión que se formó en el recipiente cerrado hermético al gas y se alimenta en la separación sólido-líquido (IV).

10 Si el enfriado y de este modo, la cristalización del DCDPSO, se realizan de forma continua, se prefiere operar el enfriado y la cristalización de forma escalonada en al menos dos etapas, particularmente en dos a tres etapas. Si el enfriado y la cristalización se lleva a cabo en dos etapas, en una primera etapa la fase orgánica se enfría preferentemente a una temperatura en el intervalo de 40 a 90 °C y en una segunda etapa preferentemente a una temperatura en el intervalo de -10 a 50 °C. Si el enfriado se opera en más de dos etapas, la primera etapa se opera preferentemente a una temperatura en el intervalo de 40 a 90 °C y la última etapa a una temperatura en el intervalo de -10 a 30 °C. Las etapas adicionales se operan a temperaturas entre estos intervalos con disminución de la temperatura de etapa a etapa. Si el enfriado y la cristalización se realizan en tres etapas, la segunda etapa, por ejemplo, se opera a una temperatura en el intervalo de 10 a 50 °C.

20 Como en el proceso por lotes, la temperatura en el proceso operado de forma continua se puede establecer usando aparatos para enfriado y cristalización que tengan superficies para ser enfriadas, por ejemplo, una camisa refrigerante, serpentines refrigerantes o deflectores refrigerantes como los llamados "deflectores de potencia". Para establecer las al menos dos etapas para enfriado y cristalización, se usa para cada etapa al menos un aparato para enfriado y cristalización. Para evitar la precipitación del DCDPSO, se prefiere también en el proceso continuo reducir la temperatura al reducir la presión en el aparato para enfriado y cristalización en donde el aparato para enfriado y cristalización son preferentemente recipientes cerrados herméticos al gas. Los aparatos adecuados para enfriado y cristalización, son por ejemplo, cristalizadores de tanque agitado, cristalizadores de tubo de aspiración, cristalizadores horizontales, cristalizadores de circulación forzada o cristalizadores Oslo. La presión que se configura para lograr la temperatura requerida corresponde a la presión de vapor de la fase orgánica. Debido a la reducción de presión, los líquidos con bajo punto de ebullición, particularmente los disolventes, se evaporan. Los líquidos con bajo punto de ebullición evaporados se enfrían para condensarse, y los líquidos con bajo punto de ebullición se regresan a los respectivos aparatos para enfriado y cristalización por los que se establece la temperatura.

30 Si el enfriado y la cristalización se llevan a cabo de forma continua, se extrae una corriente de la suspensión de forma continua del aparato para enfriado y cristalización. La suspensión se alimenta después en la separación sólido-líquido (IV). Para mantener el nivel del líquido en el aparato para enfriado y cristalización dentro de los límites predefinidos, la fase orgánica fresca se puede alimentar en el aparato en una cantidad que corresponde o que corresponde esencialmente a la cantidad de suspensión retirada del aparato. La fase orgánica fresca se puede agregar ya sea de forma continua o por lotes cada vez que se alcanza un nivel mínimo en el aparato para enfriado y cristalización. Generalmente, el proceso puede comprender que la hidrólisis (II) se lleve a cabo por lotes o de forma continua y que el enfriado se lleve a cabo por lotes o continuamente. De este modo, puede comprender que la hidrólisis (II) se lleve a cabo por lotes y el enfriado de forma continua o viceversa. Si la hidrólisis en (II) se lleva a cabo por lotes y la fase orgánica debe agregarse de forma continua en el aparato para enfriado y cristalización o debe agregarse en momentos cuando la hidrólisis no ha finalizado o si la hidrólisis se opera de forma continua y el enfriado por lotes, se usa preferentemente al menos un recipiente de solución amortiguadora en que se alimenta la fase orgánica después de ser retirada de la hidrólisis.

45 De este recipiente de solución amortiguadora la fase orgánica se alimenta después en el aparato para enfriado y cristalización.

50 Independientemente de que se lleve a cabo por lotes o de forma continua, la cristalización se continúa preferentemente hasta que los contenidos sólidos en la suspensión en la última etapa de la cristalización estén en el intervalo de 5 a 50 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 5 a 40 % en peso y particularmente en el intervalo de 20 a 40 % en peso, con base en la masa de la suspensión.

55 Aunque el enfriado y la cristalización se pueden llevar a cabo de forma continua o por lotes, se prefiere llevar a cabo el enfriado y la cristalización por lotes y particularmente enfriar la fase orgánica mediante reducción de la presión de acuerdo con el proceso descrito anteriormente que comprende las etapas (i) a (iv) para evitar la precipitación del DCDPSO cristalizado en superficies enfriadas de un aparato para enfriado y cristalización. El enfriado y cristalización por lotes permite una mayor flexibilidad en términos de una ventana de operación y condiciones de cristalización y es más robusto contra variaciones en condiciones del proceso.

60 Independientemente de que el enfriado y la cristalización se realicen de forma continua o por lotes, la separación sólido-líquido (IV) se puede llevar a cabo en forma continua o por lotes, preferentemente en forma continua.

65 Si el enfriado y la cristalización se llevan a cabo por lotes y la separación sólido-líquido se lleva a cabo de forma continua, se usa al menos un recipiente de solución amortiguadora en que se llena la suspensión retirada del aparato usado para enfriado y cristalización. Para proveer a la suspensión de una corriente continua se retira del al menos un recipiente de solución amortiguadora y se alimenta en un aparato de separación sólido-líquido. El volumen del al

menos un recipiente de solución amortiguadora es preferentemente de forma tal que cada recipiente de solución amortiguadora no esté totalmente vacío entre dos ciclos de llenado en que los contenidos del aparato para enfriado y cristalización se alimentan en el recipiente de solución amortiguadora. Si se usa más de un recipiente de solución amortiguadora, es posible llenar un recipiente de solución amortiguadora mientras que los contenidos de otro recipiente de solución amortiguadora se retiran y alimentan en la separación sólido-líquido. En este caso los al menos dos recipientes de solución amortiguadora están conectados en paralelo. La conexión en paralelo de los recipientes de solución amortiguadora permiten además llenar la suspensión en un recipiente de solución amortiguadora adicional después que se llena un recipiente de solución amortiguadora. Una ventaja de usar al menos dos recipientes de solución amortiguadora es que los recipientes de solución amortiguadora pueden tener un volumen menor que solo un recipiente de solución amortiguadora. Este volumen menor permite un mezclado más eficiente de la suspensión para evitar la sedimentación del DCDPSO cristalizado. Para mantener la suspensión estable y evitar la sedimentación del DCDPSO sólido en el recipiente de solución amortiguadora, es posible proveer el recipiente de solución amortiguadora con un dispositivo para agitar la suspensión, por ejemplo, un agitador, y agitar la suspensión en el recipiente de solución amortiguadora. El agitado se opera preferentemente de forma tal que la entrada de energía por remover se mantiene en un nivel mínimo, que es lo suficientemente alto para suspender los cristales pero impide que se rompan. Para este fin, la entrada de energía está preferentemente en el intervalo de 0,2 a 0,5 W/kg, particularmente en el intervalo de 0,25 a 0,4 W/kg.

Si el enfriado, la cristalización y la separación sólido-líquido se llevan a cabo por lotes, los contenidos del recipiente para enfriado y cristalización se pueden alimentar en un aparato de separación sólido-líquido en tanto el aparato de separación sólido-líquido sea lo suficientemente grande para tomar el contenido completo del recipiente para enfriado y cristalización. En este caso es posible omitir el recipiente de solución amortiguadora. También es posible omitir el recipiente de solución amortiguadora cuando el enfriado, la cristalización y la separación sólido-líquido se llevan a cabo de manera continua. En este caso también la suspensión se alimenta directamente en el aparato de separación sólido-líquido. Si el aparato de separación es demasiado pequeño para tomar el contenido completo del recipiente para enfriado y cristalización, también es necesario para la operación por lotes un recipiente adicional de solución amortiguadora para permitir vaciar el aparato de cristalización y empezar un nuevo lote.

Si se lleva a cabo el enfriado y la cristalización de forma continua y la separación sólido-líquido se lleva a cabo por lotes, la suspensión retirada del aparato de enfriado y cristalización se alimenta en el recipiente de solución amortiguadora y cada lote para la separación sólido-líquido se retira del recipiente de solución amortiguadora y se alimenta en el aparato de separación sólido-líquido.

La separación sólido-líquido comprende, por ejemplo, una filtración, centrifugado o sedimentación. Preferentemente, la separación sólido-líquido es una filtración. En la separación sólido-líquido el líquido de la disolución madre se extrae del DCDPSO sólido y se obtiene la humedad residual que contiene el DCDPSO (en lo sucesivo también llamado como "DCDPSO húmedo"). Si la separación sólido-líquido es una filtración, el DCDPSO húmedo se llama "torta de filtrado".

Independientemente de si se lleva a cabo de forma continua o por lotes, la separación sólido-líquido se realiza preferentemente a temperatura ambiente o a temperaturas por debajo de la temperatura ambiente, preferentemente a temperatura ambiente. Es posible alimentar la suspensión en el aparato de separación sólido-líquido con presión elevada, por ejemplo, mediante el uso de una bomba o mediante el uso de un gas inerte que tiene una presión mayor, por ejemplo, nitrógeno. Si la separación sólido-líquido es una filtración y la suspensión se alimenta en el aparato de filtración con presión elevada, la presión diferencial necesaria para el proceso de filtración se realiza al establecer la presión ambiente al lado filtrado en el aparato de filtración. Si la suspensión se alimenta en el aparato de filtración a presión ambiente, se configura una presión reducida al lado filtrado del aparato de filtración para lograr la presión diferencial necesaria. Además, también es posible establecer una presión por arriba de la presión ambiente en el lado de alimentación del aparato de filtración y una presión por debajo de la presión ambiente en el lado del filtrado o una presión por debajo de la presión ambiente en ambos lados del filtro en el aparato de filtración, en donde también en el caso de que la presión en el lado del filtrado debe ser menor que en el lado de alimentación. Preferentemente, la diferencia de presión entre el lado de alimentación y el lado filtrado y de este modo la presión diferencial en el aparato de filtración está en el intervalo de 10 a 600 kPa (100 a 6000 mbares (abs)), más preferentemente en el intervalo de 30 a 200 kPa (300 a 2000 mbares (abs)) y particularmente en el intervalo de 40 a 150 kPa (400 a 1500 mbares (abs)), en donde la presión diferencial depende también de los filtros usados en la separación sólido-líquido (IV).

Para llevar a cabo la separación sólido-líquido se puede usar cualquier aparato de separación sólido-líquido conocido por la persona experta. Los aparatos de separación sólido-líquido son, por ejemplo, un Nutsche de presión agitada, un filtro giratorio de presión, un filtro de tambor, un filtro de banda o una centrífuga. El tamaño del poro de los filtros usados en el aparato de separación sólido-líquido está preferentemente en el intervalo de 1 a 1000  $\mu\text{m}$ , más preferentemente en el intervalo de 10 a 500  $\mu\text{m}$  y particularmente en el intervalo de 20 a 200  $\mu\text{m}$ .

Particularmente preferido, el enfriado y la cristalización se llevan a cabo por lotes y la separación sólido-líquido se opera de forma continua.

A medida que se enfría, la mayor parte del DCDPSO cristaliza pero aún una cantidad considerable de DCDPSO permanece sin disolver en el disolvente, la disolución madre se retiran del aparato de separación sólido-líquido

preferentemente se concentran y al menos una parte de la disolución madre concentrada se recicla en la etapa de enfriado (III). La concentración de la disolución madre se realiza preferentemente mediante destilación o evaporación, preferentemente mediante evaporación. Mediante la concentración de la disolución madre y el reciclaje de la disolución madre en la etapa de enfriado (III) es posible reducir al mínimo la pérdida de producto.

La destilación o evaporación para concentrar la disolución madre se puede llevar a cabo a presión ambiente o a presión reducida, preferentemente a una presión en el intervalo de 2 a 80 kPa (20 a 800 mbares (abs)), más preferentemente en un intervalo de 5 a 50 kPa (50 a 500 mbares (abs)) y particularmente en un intervalo de 10 a 35 kPa (100 a 350 mbares (abs)).

Durante el proceso de evaporación los líquidos con bajo punto de ebullición, particularmente los disolventes, se evaporan y se retiran. El DCDPSO que es un producto con alto punto de ebullición que permanece en el líquido de la disolución madre y de ese modo la concentración del DCDPSO aumenta. La cantidad a la que se reduce la disolución madre en la evaporación depende de la cantidad de DCDPSO en la disolución madre y la concentración deseada en la disolución madre concentrada. La cantidad mínima a la que la disolución madre se puede reducir debe ser mayor que la cantidad de DCDPSO en la disolución madre. Además, la cantidad mínima de líquidos con bajo punto de ebullición que se evaporan debe ser tal que la concentración de DCDPSO en la disolución madre concentrada aumente. De este modo, dependiendo de la concentración de DCDPSO en la disolución madre, el proceso de evaporación se continua preferentemente hasta que la cantidad de disolución madre se reduce a 4 a 80 % en peso, más preferentemente a 4 a 40 % en peso y particularmente a 4 a 20 % en peso de la cantidad de disolución madre alimentada en el aparato de evaporación. Los aparatos de evaporación adecuados son, por ejemplo, preferentemente recipientes agitados, evaporadores giratorios, evaporadores de película delgada y evaporadores de película descendente. Particularmente preferido que el aparato de evaporación sea un evaporador de película descendente.

Además de un proceso de evaporación también es posible llevar a cabo un proceso de destilación para concentrar la disolución madre. En un proceso de destilación los líquidos con bajo punto de ebullición se extraen como una corriente superior. La disolución madre concentrada usualmente se retira del proceso de destilación como una corriente de fondo. El proceso de destilación, por ejemplo, se lleva a cabo en una columna de destilación. Las columnas de destilación adecuadas son, por ejemplo, columnas de plato o columnas de relleno. Si se usan columnas de relleno, se pueden usar lechos rellenos o rellenos estructurados. Una presión adecuada para operar tal columna de destilación es, por ejemplo, en el intervalo de 2 kPa a 80 kPa (20 mbares (abs) a 800 mbares (abs)), preferentemente 5 a 50 kPa (50 a 500 mbares (abs)), en particular 10 a 35 kPa (100 a 350 mbares (abs)). La temperatura del fondo y la temperatura de la cabeza de la columna de destilación dependen de la presión y la temperatura del fondo está preferentemente en un intervalo de 40 a 110 °C, más preferentemente en un intervalo de 55 °C a 100 °C y particularmente en un intervalo de 55 a 80 °C y la temperatura de la cabeza está preferentemente en un intervalo de 30 a 100 °C, más preferentemente en un intervalo de 45 a 90 °C y particularmente en un intervalo de 45 a 80 °C.

La evaporación o destilación es preferentemente continua hasta que la concentración del DCDPSO en la disolución madre esté en el intervalo de 6 a 60 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 10 a 50 % en peso, y particularmente en el intervalo de 15 a 40 % en peso, con base en la cantidad total de disolución madre concentrada.

Al menos una parte de la disolución madre concentrada se recicla en la etapa de enfriado (III). Para evitar una acumulación excesiva de subproductos con alto punto de ebullición y de contaminantes se prefiere reciclar una parte de la disolución madre concentrada en la etapa de enfriado (III) y retirar del proceso el resto de la disolución madre concentrada. La cantidad de disolución madre concentrada reciclada en la etapa de enfriado (III) está preferentemente en el intervalo de 10 a 95 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 40 a 90 % en peso, y particularmente en el intervalo de 65 a 90 % en peso, cada uno con base en la cantidad total de disolución madre concentrada.

La disolución madre concentrada reciclada se mezcla preferentemente con fase orgánica fresca y se alimenta en el enfriado (III). La proporción de fase orgánica fresca a disolución madre concentrada está preferentemente en el intervalo de 60:1 a 6:1, más preferentemente en el intervalo de 15:1 a 7:1 y particularmente en el intervalo de 10:1 a 7:1. La cantidad de disolución madre concentrada reciclada en el enfriado (III) se establece preferentemente de forma tal que la cantidad de isómeros de DCDPSO, particularmente la cantidad de sulfóxido 2,4-diclorodifenilo, totalmente alimentado en el enfriado (III) está en el intervalo de 0 a 40 % en peso y particularmente en el intervalo de 10 a 30 % en peso con base en la cantidad total del líquido alimentado en el enfriado (III). La cantidad total del líquido alimentado en el enfriado (III) es la suma de la fase orgánica que contiene DCDPSO obtenida mediante mezclado de ácido clorhídrico acuoso y el producto intermedio (II) y la disolución madre concentrada reciclada. Si la cantidad de isómeros en la disolución madre concentrada aumenta, la parte reciclada en el enfriado (III) se reduce ventajosamente, considerando que una cantidad pequeña de isómeros en la disolución madre concentrada permite que se recicle una mayor parte siempre y cuando la cantidad de isómeros en la fase orgánica obtenida mediante mezclado de ácido clorhídrico acuoso y el producto intermedio (II) permanezca constante.

La mezcla de la disolución madre concentrada reciclada y la fase orgánica fresca se puede llevar a cabo antes de alimentarse en el aparato en que tiene lugar el enfriado y la cristalización de forma tal que una mezcla de disolución madre concentrada reciclada y fase orgánica fresca se alimenta en el aparato. Alternativamente, la disolución madre concentrada reciclada y la fase orgánica fresca se alimentan por separado en el aparato en que tiene lugar el enfriado

y la cristalización y se mezclan en este aparato.

Al concentrar y reciclar al menos una parte de la disolución madre, el rendimiento de DCDPSO puede aumentarse usualmente de manera considerable, tal como hasta aproximadamente 10 %, típicamente un aumento de al menos aproximadamente 8 o 9 %. Esto permite llevar a cabo la cristalización en solo una etapa.

Después de la separación sólido-líquido, el DCDPSO húmedo resultante se lava preferentemente con un líquido de lavado, particularmente con disolvente. Al lavar el DCDPSO húmedo con disolvente, las impurezas que se pueden unir a la superficie del DCDPSO cristalizado se pueden extraer. El usar el disolvente para lavar el DCDPSO húmedo tiene la ventaja adicional de que las impurezas que se adhieren a la superficie del DCDPSO cristalizado se pueden extraer debido a que el DCDPSO empieza a disolverse en la superficie y de este modo, las impurezas que se adhieren a la superficie se desprenden y se pueden extraer.

Si la separación sólido-líquido es una filtración, es posible llevar a cabo el lavado siguiente de la torta de filtrado en el aparato de filtración, independientemente de si la filtración se opera de forma continua o por lotes. Después del lavado, la torta de filtrado se extrae como producto.

En un proceso de separación sólido-líquido continuo, el DCDPSO húmedo se puede extraer continuamente del aparato de separación sólido-líquido y posteriormente tiene lugar el lavado del DCDPSO húmedo. En el caso de que la separación sólido-líquido sea una filtración y se use un filtro de banda continua, se prefiere filtrar la suspensión, transportar la torta de filtrado que tiene lugar de este modo en la banda de filtrado y lavar la torta de filtrado en una posición diferente en el mismo aparato de filtración.

Si la separación sólido-líquido es un proceso de filtración, es posible además operar la filtración de forma semicontinua. En este caso, la suspensión se alimenta de forma continua en el aparato de filtración y la filtración se realiza por un tiempo de proceso especificado. Posteriormente, la torta de filtrado que se produce durante la filtración se lava en el mismo aparato de filtración. El tiempo de proceso para realizar la filtración puede depender, por ejemplo, de la presión diferencial. Debido a la torta de filtrado en aumento, la presión diferencial en el aparato de filtración aumenta. Para determinar el tiempo de proceso para la filtración, es posible, por ejemplo, definir una presión diferencial objetivo hasta la cual se lleva a cabo la filtración en un primer aparato de filtración. Posteriormente, la suspensión se alimenta en un segundo o más aparatos de filtración en que continua la filtración. Esto permite realizar la filtración de forma continua. En aquellos aparatos en donde se completa la filtración, la torta de filtrado se puede lavar y retirar después de terminado el lavado. De ser necesario, el aparato de filtración se puede limpiar después de que retira la torta de filtrado. Después que se retira la torta de filtrado y que se limpia el aparato de filtrado cuando sea necesario, el aparato de filtración se puede usar de nuevo para filtración. Si el lavado de la torta de filtrado y la limpieza opcional del aparato de filtración necesita más tiempo que el tiempo para la filtración en un aparato de filtración, se usan al menos dos aparatos de filtrado para permitir la alimentación continua de la suspensión en un aparato de filtración mientras que en el otro aparato se lava la torta de filtrado o se limpia el aparato de filtración.

En cada aparato de filtración del proceso semicontinuo, la filtración se lleva a cabo por lotes. Por lo tanto, si la filtración y el lavado se llevan a cabo por lotes, el proceso corresponde al proceso en un aparato del proceso semicontinuo anteriormente descrito.

Para reducir la cantidad de disolvente usado en el proceso, se purifica preferentemente al menos una parte del disolvente después de ser usado para lavar el DCDPSO húmedo y se recicla. La purificación del disolvente se puede llevar a cabo mediante cada proceso conocido por una persona experta en la técnica. Particularmente adecuados son los procesos de destilación y evaporación para separar impurezas del disolvente. En el proceso inventivo, las impurezas que se lavan del DCDPSO húmedo en la etapa de lavado son particularmente restos de subproductos, isómeros del DCDPSO y auxiliares como catalizadores usados para la producción del DCDPSO. Cuando estas impurezas se lavan del DCDPSO húmedo, usualmente son productos de punto de ebullición más alto que el disolvente, la purificación del disolvente se puede llevar a cabo mediante evaporación en que el disolvente se evapora y se condensa en un condensador posterior. En un proceso de destilación, el disolvente se extrae del aparato de destilación, preferentemente una columna de destilación, como corriente superior y la corriente del fondo se retira de la columna de destilación que contiene las impurezas. Si la corriente del fondo aún contiene DCDPSO, también es posible reciclar una parte de la corriente del fondo en el enfriado (III) para mejorar el rendimiento y para reducir la cantidad de DCDPSO que se retira del proceso.

El disolvente purificado de este modo puede ser usado, por ejemplo, para lavar el DCDPSO húmedo. Alternativamente, también es posible reciclar al menos una parte del disolvente purificado en la etapa (I).

Se prefiere que el disolvente usado para lavar el DCDPSO húmedo comprenda menos que 1 % en peso de impurezas con base en la masa total del disolvente. Por lo tanto, si se usa el disolvente purificado para lavar el DCDPSO húmedo, se prefiere controlar la pureza del disolvente después de la etapa de purificación. Si la cantidad de impurezas en el disolvente purificado excede el 1 % en peso, es posible, por ejemplo, agregar disolvente puro de forma tal que una cantidad del contenido de impurezas en el disolvente mezclado este por debajo del 1 % en peso. Para lograr la pureza necesaria, también es posible agregar etapas de purificación adicionales, por ejemplo, una segunda

evaporación o destilación.

5 También es posible usar el disolvente que es menos puro. El disolvente menos puro puede obtenerse de un proceso de reciclaje y se puede usar en un primer lavado. Posteriormente - en uno o más lavados es posible emplear disolvente cada vez más puro.

10 Además de llevar a cabo la filtración y el lavado de la torta de filtrado en un aparato, también es posible retirar la torta de filtrado del aparato de filtración y lavarla en un aparato de lavado posterior. Si se lleva a cabo la filtración en un filtro de banda, es posible transportar la torta de filtrado en la banda de filtrado hacia el aparato de lavado. Para este fin, la banda de filtrado se diseña de forma tal que deja el aparato de filtrado e ingresa al aparato de lavado. Además de transportar la torta de filtrado en una banda de filtrado del aparato de filtración al aparato de lavado, también es posible recolectar la torta de filtrado con un transportador adecuado y alimentar la torta de filtrado del transportador al aparato de lavado. Si la torta de filtrado se retira del aparato de filtración con un transportador adecuado, la torta de filtrado se puede retirar del aparato de filtración como un todo, o en piezas más pequeñas tales como trozos o pulverulentos. Por ejemplo, los trozos surgen si la torta de filtrado se rompe cuando se retira del aparato de filtrado. Para lograr una forma pulverulenta, la torta de filtrado usualmente debe ser fragmentada. Independientemente del estado de la torta de filtrado, para lavar la torta de filtrado se pone en contacto con líquido de lavado, preferentemente con disolvente. Por ejemplo, la torta de filtrado se puede poner en una charola adecuada en el aparato de lavado y el líquido de lavado fluye a través de la charola y de la torta de filtrado. Además, también es posible romper la torta de filtrado en trozos pequeños o partículas y mezclar los trozos o partículas con el líquido de lavado. Posteriormente, la mezcla de trozos o partículas de la torta de filtrado producida de este modo y el líquido de lavado se filtra para extraer el líquido de lavado. Si se lleva a cabo el lavado en un aparato de lavado separado, el aparato de lavado puede ser cualquier aparato adecuado. Preferentemente, el aparato de lavado es un aparato de filtrado que permite usar una cantidad más pequeña de líquido de lavado y separar el líquido de lavado del DCDPSO sólido en un solo aparato. Sin embargo, también es posible usar, por ejemplo, un tanque agitado como aparato de lavado. En este caso es necesario separar el líquido de lavado del DCDPSO lavado en una siguiente etapa, por ejemplo, mediante filtración o centrifugado.

30 Si se lleva a cabo la separación sólido-líquido mediante centrifugado, dependiendo de la centrífuga puede ser necesario usar un aparato de lavado por separado para lavar el DCDPSO húmedo. Sin embargo, se puede usar usualmente una centrífuga que comprende una zona de separación y una zona de lavado o el lavado se puede llevar a cabo después de centrifugar en la centrífuga.

35 El lavado del DCDPSO húmedo se opera preferentemente a temperatura ambiente. También es posible lavar el DCDPSO húmedo a temperaturas diferentes a la temperatura ambiente, por ejemplo, por arriba de la temperatura ambiente. Para evitar disolver el DCDPSO en el disolvente, se prefiere mantener la temperatura de lavado a una temperatura donde la solubilidad del DCDPSO en el disolvente sea muy baja, preferentemente de 0 a 5 % en peso con base en la suma del DCDPSO y del disolvente. Si se lleva a cabo el lavado en el aparato de filtración, debe establecerse una presión diferencial para lavar la torta de filtrado. Esto es posible, por ejemplo, al alimentar el disolvente para lavar la torta de filtrado a una presión por arriba de la presión ambiente y retirar el disolvente después de pasar la torta de filtrado a una presión por debajo de la presión en que se alimenta el disolvente, por ejemplo, a presión ambiente. Además, también es posible alimentar el solvente para lavar la torta de filtrado a presión ambiente y retirar el disolvente después de pasar la torta de filtrado a una presión por debajo de la presión ambiente.

45 Cada etapa del proceso descrita anteriormente se puede llevar a cabo en un solo aparato o en más de un aparato, dependiendo del tamaño del aparato y de las cantidades de los compuestos agregados. Si se usa más de un aparato para una etapa del proceso, el aparato se puede operar simultáneamente o - particularmente en un proceso operado por lotes - en momentos diferentes. Esto permite, por ejemplo, llevar a cabo una etapa del proceso en un aparato mientras que al mismo tiempo, por ejemplo, se mantiene limpio otro aparato para el mismo proceso. Además, en esas etapas del proceso en donde los contenidos del aparato permanecen por cierto tiempo después que se agregan todos los componentes, por ejemplo, la reacción o la hidrólisis, es posible después de alimentar todos los compuestos en un aparato, alimentar los componentes en un aparato adicional mientras que el proceso en el primer aparato aún continúa. Sin embargo, también es posible agregar simultáneamente los componentes al aparato y llevar a cabo las etapas del proceso en el aparato simultáneamente también.

55 Debido a la corrosión de los componentes usados en el proceso, se prefiere proveer todas las superficies que entren en contacto con los componentes, particularmente superficies de al menos un reactor en que la reacción y la hidrólisis se lleven a cabo, las superficies del recipiente de enfriado y el aparato de lavado para lavar la fase orgánica, con una capa de esmalte. Las tuberías que conecten el aparato están hechas preferentemente de acero inoxidable con una capa de esmalte. Los aparatos para la separación sólido-líquido, particularmente el aparato de filtración se elabora preferentemente de una aleación a base de níquel o de acero inoxidable con una capa resistente a la corrosión. Si la separación sólido-líquido es una filtración, el aparato de filtración comprende preferentemente un elemento de filtrado que esté hecho de un material que tenga una buena o muy buena resistencia química. Tales materiales pueden ser materiales poliméricos o metales resistentes a los químicos como se describió anteriormente para el aparato usado. Los elementos de filtrado pueden ser, por ejemplo, cartuchos de filtrado, membranas de filtrado, o paños de filtrado. Si el elemento de filtrado es un paño de filtrado, los materiales preferidos son adicionalmente flexibles, particularmente

5 materiales poliméricos tales como aquellos que se pueden fabricar en hornos. Estos pueden ser, por ejemplo, polímeros que se pueden transformar o hilar en fibras. Particularmente preferido como material para el elemento filtrante son el poliéter éter cetona (PEEK), la poliamida (PA) o polialquilenos fluorados, por ejemplo, etileno clorotrifluoroetileno (ECTFE), politetrafluoroetileno (PTFE), fluoruro de polivinilideno (PVDF), etileno-propileno fluorado (FEP).

Una realización ilustrativa de la invención se muestra en la figura y se explica con mayor detalle en la siguiente descripción.

10 En el dibujo:

La figura 1 muestra un diagrama de flujo esquemático del proceso para producir DCDPSO,

15 La figura única muestra un diagrama de flujo esquemático del proceso para producir DCDPSO en una primera realización.

20 El proceso para producir DCDPSO de acuerdo con la realización como se muestra en la figura 1 se lleva a cabo en una primera reacción 1 y una segunda reacción 3. El clorobenceno 5, el cloruro de tionilo 7 como reactantes y el cloruro de aluminio 9 como catalizador se alimentan en la primera reacción 1. Los reactantes y el catalizador se pueden alimentar simultáneamente en la primera reacción 1. Sin embargo, se prefiere alimentar primero el cloruro de aluminio 9 y el clorobenceno 5 en la primera reacción 1 y se mezclan y el cloruro de tionilo 7 se agrega después a la mezcla del cloruro de aluminio y al clorobenceno en una forma controlada. En la primera reacción 1 se produce un producto de reacción intermedio que se disuelve en exceso en clorobenceno. La primera reacción 1 se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 0 a debajo de 20 °C y presión ambiente. Después de que se completa la reacción, el producto de reacción intermedio se retira de la primera reacción 1 y se alimenta en la segunda reacción 3. Adicionalmente, el ácido clorhídrico acuoso 11 con una concentración en el intervalo de 3 a 12 % en peso se alimenta a la segunda reacción 3. En la segunda reacción 3 se produce el DCDPSO del producto intermedio mediante hidrólisis.

30 La hidrólisis en la segunda reacción 3 se realiza a una temperatura en el intervalo de 70 a 110°C y a presión ambiente. Después de terminar la hidrólisis, tiene lugar una separación de fase en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa 13 que contiene cloruro de aluminio se extrae del proceso y la fase orgánica 15 que comprende el DCDPSO como producto y clorobenceno se alimenta en una etapa de lavado 17.

35 En la etapa de lavado 17, la fase orgánica 15 que comprende el DCDPSO como producto y clorobenceno como disolvente se mezclan con agua 18 para extraer el catalizador residual. El lavado se realiza a una temperatura de 70 a 110 °C y a presión ambiente. Después del lavado, la mezcla se separa en dos fases, una fase acuosa 21 que comprende trazas de clorobenceno y cloruro de aluminio y una fase orgánica 19 que comprende DCDPSO como producto y clorobenceno como disolvente.

40 Además del producto de reacción intermedio se acumula cloruro de hidrógeno durante la primera reacción 1. Como el cloruro de hidrógeno es gaseoso, se puede retirar fácilmente de la primera reacción 1. El cloruro de hidrógeno gaseoso 23 se alimenta preferentemente en una etapa de absorción 25 como se muestra en la figura. En la etapa de absorción 25 se produce ácido clorhídrico mediante absorción de cloruro de hidrógeno en agua. Este ácido clorhídrico acuoso se usa preferentemente para la hidrólisis en la segunda reacción 3 como se muestra en la figura.

45 El agua para producir el ácido clorhídrico acuoso en la etapa de absorción 25 es preferentemente la fase acuosa 21 que emana del lavado en la etapa de lavado 17. Al usar la fase acuosa 21 del lavado, la cantidad total de agua potable se puede reducir y de este modo una menor cantidad de acumulación de agua residual.

50 Esta agua residual es la fase acuosa 13 obtenida en la hidrólisis en la segunda reacción 3. El agua residual se puede desechar después de la limpieza.

55 Después del lavado, la fase orgánica 19 que comprende DCDPSO y el disolvente se alimentan en una etapa de cristalización 27. En la etapa de cristalización 27 la fase orgánica se enfría a una temperatura por debajo del punto de saturación del DCDPSO en el disolvente. Esto tiene el efecto de que el DCDPSO empieza a cristalizar y se forma una suspensión que comprende cristales de DCDPSO sólido en un líquido que contiene disolvente, el DCDPSO que no está cristalizado y subproductos líquidos. Esta suspensión se alimenta en una etapa de separación sólido-líquido 29. Mediante la separación sólido-líquido los cristales de DCDPSO sólido se separan de la fase líquida obteniendo DCDPSO sólido 31 como producto y la disolución madre 33.

60 La etapa de separación sólido-líquido 29 se puede llevar a cabo en cualquier aparato de separación sólido-líquido, particularmente en un aparato de filtración, por ejemplo un Nutsche de presión agitada, un filtro giratorio de presión, un filtro de tambor, un filtro de banda o una centrífuga. La presión diferencial en el aparato de filtración está preferentemente en el intervalo de 10 a 600 kPa (100 a 6000 mbares (abs)), más preferentemente en el intervalo de 30 a 200 kPa (300 a 2000 mbares (abs)) y particularmente en el intervalo de 40 a 150 kPa (400 a 1500 mbares (abs)).

La filtración se lleva a cabo preferentemente a temperatura ambiente. Debido a la necesaria presión diferencial en la etapa de filtración, la presión ambiente se puede configurar ya sea en el lado de alimentación que significa que la presión en el lado filtrado está por debajo de la presión ambiente, o la presión ambiente se configura en el lado filtrado y se configura una presión por arriba de la presión ambiente en el lado de alimentación.

5

El DCDPSO sólido 31 se extrae del proceso y la disolución madre 33 se alimentan en una etapa de concentración 35. En la etapa de concentración 35, el disolvente 37 se remueve de la disolución madre y se recicla preferentemente en la primera reacción 1 como se muestra en la figura.

10

Para extraer subproductos e impurezas del proceso que no se extraen con el disolvente, se retira una parte de la disolución madre concentrada como corriente 39. El resto 41 de la disolución madre concentrada se recicla en la etapa de cristalización 27.

15

La etapa de concentración 35, por ejemplo, es una destilación o evaporación. En la destilación o evaporación el disolvente como producto de bajo punto de ebullición se extrae en forma gaseosa y la disolución madre concentrada que contienen los líquidos con alto punto de ebullición se extraen en forma líquida. Si la disolución madre se concentra mediante evaporación o destilación, la destilación o evaporación se lleva a cabo preferentemente a una presión en el intervalo de 2 a 80 kPa (20 a 800 mbares (abs)), más preferentemente en un intervalo de 5 a 50 kPa (50 a 500 mbares (abs)) y particularmente en un intervalo de 10 a 35 kPa (100 a 350 mbares (abs)). La temperatura del fondo, si la etapa de concentración se opera mediante destilación o la temperatura para evaporación está preferentemente en el intervalo de 40 a 110 °C, más preferentemente en el intervalo de 55 a 100 °C y particularmente en el intervalo de 55 a 80 °C.

20

25

En la etapa de separación sólido-líquido 29 se forma una torta de filtrado 43. En la realización que se muestra en la figura, la separación sólido-líquido se lleva a cabo mediante filtración y la torta de filtrado 43 se lava en el aparato de filtración. Para lavar la torta de filtrado 43, se alimenta el disolvente 45 en el aparato de filtración en una posición en que se termina la filtración. Después del lavado, la torta de filtrado 43 se extrae del aparato de filtración como DCDPSO sólido 31 como producto.

30

Si la filtración y el lavado se llevan a cabo continuamente en un aparato, el aparato de filtración es preferentemente un filtro de banda. En el filtro de banda, la suspensión se alimenta en un extremo de una banda de filtrado y se transporta a través del aparato de filtración. En tanto que se transporta a través del aparato de filtración, la suspensión se filtra formando la torta de filtrado 43 y la disolución madre 33. Después de una cierta duración de la filtración que depende de la longitud y la velocidad de la banda de filtrado, se agrega el disolvente 45 para lavar la torta de filtrado 43. Para lavar la torta de filtrado 43, el disolvente pasa la torta de filtrado y la banda de filtrado en que la torta de filtrado 43 yace y se recolecta por debajo de la banda de filtrado y se retira del aparato de filtración.

35

40

Además de usar un aparato para la filtración y lavado como se muestra en la figura, es posible también usar un aparato de separación sólido-líquido en que la suspensión se filtre formando una torta de filtrado y la disolución madre y un segundo aparato en que la torta de filtrado se transfiera y de lave después. Adicionalmente, si la filtración y el lavado se llevan a cabo por lotes, primero se filtra la suspensión y la torta de filtrado obtenida mediante filtración se lava en el mismo aparato. En el proceso por lotes, sin embargo, a diferencia del proceso continuo, no es necesario transportar la torta de filtrado. Por lo tanto, también se puede usar el aparato de filtrado que no transporta la torta de filtrado, por ejemplo, un Nutsche de presión agitada. Además de un aparato de filtrado para filtración por lotes, se puede usar alternativamente una centrifuga por lotes para la separación sólido-líquido.

45

50

La disolución madre 33 y el disolvente usado para lavado 47 se retiran del aparato de filtración y se alimentan en la etapa de concentración 35. Mediante alimentación del disolvente usado para lavado 47 alimentado en la etapa de concentración 35, el DCDPSO que se puede extraer mediante lavado se puede recuperar. Adicionalmente, en la etapa de concentración 35 las impurezas se pueden extraer del disolvente para obtener un disolvente purificado. Además de reciclar el disolvente 37 en la primera reacción 1, al menos una parte del disolvente purificado de este modo se puede reutilizar para lavar la torta de filtrado.

55

Además de agregar la disolución madre obtenida en la separación sólido-líquido y el disolvente de la etapa de lavado a una etapa de purificación como se muestra en la figura, también es posible concentrar la disolución madre y purificar el disolvente de la etapa de lavado de forma separada. En este caso concentrar la disolución madre y purificar el disolvente se llevan a cabo preferentemente mediante destilación o evaporación, en donde el disolvente en ambas destilaciones y/o evaporaciones es el producto de menor punto de ebullición y se retira en forma gaseosa y la disolución madre concentrada y las impurezas del proceso de lavado son el producto de mayor punto de ebullición y en forma líquida, respectivamente. La disolución madre concentrada se puede usar en la etapa para producir la suspensión y los productos de mayor punto de ebullición que se obtienen mediante destilación o evaporación en la etapa purificada del disolvente usado para lavado se extraen.

60

65

Adicionalmente, también es posible llevar a cabo la concentración de la disolución madre y la purificación de forma separada pero para purificar aún más el disolvente extraído de la disolución madre en el proceso de concentración, agregar el disolvente extraído de la disolución madre en el proceso para purificar también el disolvente.

**Ejemplos****Ejemplo 1**

5

Se alimentaron 5,5 moles de cloruro de aluminio y 40 moles de clorobenceno en un reactor de tanque agitado como primer reactor. Se agregaron 5 moles de cloruro de tionilo a la mezcla de reacción en 160 min. La reacción en el primer reactor se llevó a cabo a 10 °C. El cloruro de hidrógeno producido en la reacción se retiró del proceso. Después de terminar el agregado del cloruro de tionilo, se calentó la mezcla de reacción a 60 °C.

10

Después de terminar la reacción en el primer reactor, la mezcla de reacción resultante se alimentó en un segundo reactor de tanque agitado que contenía 3400 g de ácido clorhídrico con una concentración de 11 % en peso. El segundo reactor de tanque agitado se calentó a una temperatura de 90 °C. Después de 30 min, se detuvo la mezcla y se separó la mezcla en una fase acuosa y una fase orgánica.

15

La fase acuosa se retiró y la fase orgánica se lavó con 3000 g de agua mientras se removía a 90 °C. Después del lavado, se detuvo la remoción y se separó la mezcla en una fase acuosa y una fase orgánica.

20

La fase acuosa se extrajo y la fase orgánica se sometió a una destilación. Se destiló monoclorobenceno de la fase orgánica hasta que se alcanzó la saturación a aproximadamente 88 °C (se controló a través de una sonda de turbidez, las condiciones de destilación fueron: 20 kPa (200 mbares (abs))). Después la fase orgánica se enfrió mediante reducción de la presión hasta que la temperatura alcanzó 30 °C.

25

Mediante enfriado se obtuvo una suspensión que contenía DCDPSO cristalizado. La suspensión se filtró después para obtener una torta de filtrado que comprendía el DCDPSO cristalizado.

Después de la filtración y el lavado de la torta de filtrado con monoclorobenceno, se desecó el DCDPSO cristalizado a 100 °C y 10 kPa (100 mbares (abs)).

30

El DCDPSO en la fase líquida se enfrió mediante reducción de la presión y se obtuvo en 83,2% de rendimiento, con una pureza de 98,8 % en peso, que contenía 0,6 % en peso de monoclorobenceno, 0,2 % en peso de 4,4'-diclorodifenilsulfuro y 0,4 % en peso de 2,4'-diclorodifenilsulfóxido.

35

**Ejemplo 2**

Se alimentaron 5,5 moles de cloruro de aluminio y 40 moles de clorobenceno en un reactor de tanque agitado como primer reactor. Se agregaron 5 moles de cloruro de tionilo a la mezcla de reacción en 160 min. La reacción en el primer reactor se llevó a cabo a 10 °C. El cloruro de hidrógeno producido en la reacción se retiró del proceso. Después de terminar el agregado del cloruro de tionilo, se calentó la mezcla de reacción a 60 °C.

40

Después de terminar la reacción en el primer reactor, la mezcla de reacción resultante se alimentó en un segundo reactor de tanque agitado que contenía 3400 g de ácido clorhídrico con una concentración de 11 % en peso. El segundo reactor de tanque agitado se calentó a una temperatura de 90 °C. Después de 30 min, se detuvo la mezcla y se separó la mezcla en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa se retiró y la fase orgánica se lavó con 3000 g de agua mientras se removía a 90 °C. Después del lavado, se detuvo la remoción y se separó la mezcla en una fase acuosa y una fase orgánica.

45

La fase acuosa se extrajo y la fase orgánica se sometió a una destilación. Se destiló monoclorobenceno de la fase orgánica hasta que se alcanzó la saturación a aproximadamente 88 °C (se controló a través de una sonda de turbidez, las condiciones de destilación fueron: 20 kPa (200 mbares (abs))). La fase orgánica se enfrió mediante reducción de la presión hasta que la temperatura alcanzó 30 °C.

50

Mediante enfriado se obtuvo una suspensión que contenía DCDPSO cristalizado. La suspensión se filtró después para obtener una torta de filtrado que comprendía el DCDPSO cristalizado.

55

Después de la filtración y el lavado de la torta de filtrado con monoclorobenceno, se desecó el sólido cristalizado a 100 °C y 10 kPa (100 mbares (abs)). La disolución madre combinada y el monoclorobenceno que se usó para lavado se sometieron a una destilación. En la destilación, se quitó el monoclorobenceno de destilación hasta que la cantidad de la disolución madre combinada y filtrado de lavado se redujo al 25 % en peso. La destilación se operó a una temperatura del fondo de 90 °C y 20 kPa (200 mbares (abs)).

60

En tanto que el monoclorobenceno destilado se usó en el siguiente lote como material de partida, el 80 % en peso del producto de fondo obtenido se transformó en la cristalización del siguiente lote.

65

El rendimiento del sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo en estado estable fue de 1232 g, que corresponde a 91,3 %.

El sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo tuvo una pureza de 98,9 % en peso, que contenía 0,5 % en peso de monoclorobenceno, 0,3 % en peso de 4,4'-diclorodifenilsulfide y 0,3 % en peso de 2,4'-diclorodifenilsulfóxido.

Lista de números de referencia:

5	1	primera reacción
	3	segunda reacción
	5	clorobenceno
	7	cloruro de tionilo
10	9	cloruro de aluminio
	11	ácido clorhídrico acuoso
	13	fase acuosa
	15	fase orgánica
	17	etapa de lavado
15	18	agua
	19	fase orgánica
	21	fase acuosa
	23	cloruro de hidrógeno gaseoso
	25	etapa de absorción
20	27	etapa de cristalización
	29	etapa de separación sólido-líquido
	31	DCDPSO sólido
	33	disolución madre
	35	etapa de concentración
25	37	disolvente
	39	disolución madre concentrada
	41	disolución madre concentrada
	43	torta de filtrado
	45	disolvente
30	47	disolvente usado para lavado

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo que comprende:
- 5 (I) hacer reaccionar cloruro de tionilo, clorobenceno y cloruro de aluminio en una proporción molar de cloruro de tionilo: clorobenceno: cloruro de aluminio de 1:(6 a 9):(1 a 1,5) a una temperatura en el intervalo de 0 a debajo de 20 °C, formando un producto de reacción intermedio y cloruro de hidrógeno;
- (II) mezclar ácido clorhídrico acuoso y el producto de reacción intermedia a una temperatura en el intervalo de 70 a 110 °C para obtener una fase orgánica que comprende sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo y una fase acuosa;
- 10 (III) enfriar la fase orgánica que comprende el sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo a una temperatura por debajo del punto de saturación del sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo para obtener una suspensión que comprenda sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo cristalizado, en donde el enfriado de la fase orgánica se lleva a cabo en un recipiente cerrado hermético al gas mediante
- 15 (i) reducir la presión en el recipiente cerrado hermético al gas;
- (ii) evaporar el disolvente;
- (iii) condensar el disolvente evaporado mediante enfriado;
- (iv) regresar el disolvente condensado al recipiente cerrado hermético al gas;
- 20 (IV) separación sólido-líquido de la suspensión para obtener una humedad residual que contenga sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo sólido que comprende sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo cristalizado y disolución madre.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la fase orgánica obtenida en (II) se separa y se lava con agua a una temperatura en el intervalo de 70 a 110 °C antes de enfriarla en (III).
- 25 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde el cloruro de hidrógeno obtenido en (I) se mezcla con agua para obtener el ácido clorhídrico acuoso que se usa en (II).
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en donde el agua que se usa para lavar la fase orgánica se separa y se mezcla con el cloruro de hidrógeno obtenido en (I) para obtener el ácido clorhídrico acuoso.
- 30 5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde en (I) el cloruro de aluminio y el clorobenceno se alimentan primero en un reactor y el cloruro de tionilo se agrega al cloruro de aluminio y al clorobenceno.
- 35 6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde para inicializar la cristalización del sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo se llevan a cabo las siguientes etapas ante de configurar la presión reducida en la etapa (i):
- 40 - reducir la presión en el recipiente de forma tal que el punto de ebullición de la fase orgánica esté en el intervalo de 80 a 95 °C;
- evaporar el disolvente hasta que tenga lugar la formación inicial de sólidos;
- aumentar la presión en el recipiente y calentar la fase orgánica en el recipiente a una temperatura en el intervalo de 85 a 100 °C.
- 45 7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la disolución madre obtenida en (IV) se concentra y al menos una parte de la disolución madre se recicla en el enfriado de la fase orgánica.
8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en donde la disolución madre se concentra mediante destilación o evaporación.
- 50 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, en donde la cantidad de disolución madre reciclada en el enfriado de la fase orgánica está en el intervalo de 10 a 95 % en peso con base en la cantidad total de disolución madre concentrada.
- 55 10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde la humedad residual que contiene el sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo sólido obtenido en (IV) se lava con disolvente.
11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en donde al menos una parte del disolvente se purifica después de ser usado para lavar la humedad residual que contiene el sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo sólido y se recicla.
- 60 12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 11, en donde al menos una parte del disolvente purificado se recicla en la etapa (I).
- 65 13. El proceso de acuerdo con la reivindicación 11 o 12, en donde al menos una parte del disolvente purificado se reutiliza para lavar la humedad residual que contiene el sulfóxido de 4,4'-diclorodifenilo sólido.

14. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en donde el disolvente es clorobenceno.

FIG.1

