

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

65 469

Patent dodatkowy
do patentu

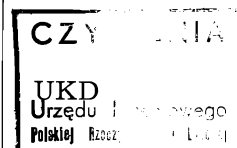
Kl. 12o,2/05

Zgłoszono: 22.II.1968 (P 125 412)

Pierwszeństwo: 01.III.1967 Niemiecka
Republika
Federalna

MKP C07c 17/02

Opublikowano: 15.VII.1972



Współtwórcy wynalazku: Hans Leuck, Erich Kratz

Właściciel patentu: Dynamit Nobel Aktiengesellschaft, Troisdorf (Niemiecka Republika Federalna)

Sposób wytwarzania 1, 2-dwuchloroetanu przez przyłączenie chloru do etylenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 1,2-dwuchloroetanu przez przyłączenie chloru do etylenu w środowisku wrzącej mieszaniny reakcyjnej złożonej głównie z końcowego produktu reakcji i zawierającej chlorek żelaza oraz ewentualnie rozpuszczalnik.

Znane sposoby wytwarzania 1,2-dwuchloroetanu polegają na tym, że chlor i etylen wprowadza się w reakcję w środowisku ciekłego 1,2-dwuchloroetanu. Zasadnicze trudności w stosowaniu tych sposobów polegają na opanowaniu przebiegającej egzotermicznie reakcji chlorowania, uzyskaniu wysokich wydajności oraz ekonomicznej przeróbce mieszaniny reakcyjnej.

W znanych sposobach proces prowadzi się pod ciśnieniem normalnym, w temperaturze 20—70°C. Ciepło wydzielone w trakcie reakcji odprowadza się bezpośrednio lub pośrednio za pomocą urządzeń chłodzących zainstalowanych wewnątrz lub na zewnątrz reaktora. Oprócz tego poszczególne sposoby różnią się pod względem doprowadzania składników reakcji. Na przykład chlor rozpuszczony w dwuchloroetanie doprowadza się w przeciwnym kierunku do etylenu, albo też etylen rozpuszcza się pod ciśnieniem w dwuchloroetanie i następnie, po obniżeniu ciśnienia, roztwór ten wprowadza się w reakcję z chlorem.

W innym znanym sposobie składniki reakcji miesza się ze sobą w stanie gazowym i doprowadza do znajdującego się już w reaktorze ciekłego

2

dwuchloroetanu. Powstały produkt reakcji odprowadza się z reaktora w stanie ciekłym i poddaje przemywaniu ługiem i wodą, osuszeniu destylacyjnemu oraz destylacji oczyszczającej w celu usunięcia niepożądanych zanieczyszczeń, takich jak chlorek żelaza, chlorowódz, chlor i wyżej schlorowane węglowodory. Znane są również występujące przy tym trudności związane z korozją aparatury, ściekami oraz stratą dwuchloroetanu.

Według innego znanego sposobu reakcję przeprowadza się w temperaturze wrzenia produktu, przy czym egzotermiczne ciepło reakcji zużywa się na odparowanie produktu reakcji. Ponieważ jednak ciepło reakcji jest około 6,5-krotnie wyższe od ciepła parowania dwuchloroetanu, to w reaktorze odparowuje większa ilość dwuchloroetanu niż doprowadzono w postaci składników reakcji. Z tego względu odprowadza się z układu i poddaje przeróbce końcowej tylko część skroplonego produktu, zaś większość zawraca się ponownie do reaktora w celu oziębienia przez parowanie.

Uchodzeniu większych ilości oparów towarzyszy ułatwienie się z reaktora znacznych ilości nieprereagowanego chloru i etylenu. Ponieważ rozpuszczalność chloru znacznie przewyższa rozpuszczalność etylenu, zwiększa się podaż chloru za pośrednictwem zawróconego do reaktora strumienia kondensatu, podczas gdy etylen zostaje wyłączony z obiegu, co powoduje, że proces staje się nieekonomiczny. Te specyficzne warunki reakcji

sprzyjają reakcjom podstawienia chlorem, tworzenia się chlorowodoru i produktów wyżej chlorowanych.

Celem wynalazku jest ukształtowanie procesu wytwarzania 1,2-dwuchloroetanu w taki sposób, aby substraty przereagowały praktycznie całkowicie na pożądaną wysoko wartościowy produkt końcowy, to jest aby można było uzyskać możliwie wysoki stopień przemiany, zwłaszcza w stosunku do etylenu, i możliwie wysoką wydajność, przy możliwie niskich kosztach aparatury. W sposobie według wynalazku mieszaninę reakcyjną znajdującą się w stanie wrzenia w reaktorze, która głównie składa się z 1,2-dwuchloroetanu z dodatkiem chlorku żelaza i ewentualnie rozpuszczalnika, utrzymuje się w obiegu kołowym za pomocą pompy. Etylen i chlor w ilościach równomolowych wtłacza się do reaktora pod ciśnieniem przez przewód ciśnieniowy pompy. Ciepło reakcji zużywa się częściowo na odparowanie lub oddestylowanie produktu końcowego. Resztę ciepła odprowadza się za pomocą chłodnicy znajdującej się wewnątrz lub na zewnątrz reaktora. Stosunek ilości ciepła zużytego na oddestylowanie produktu do ilości ciepła odprowadzonego przez chłodnicę dobiera się w taki sposób, że w jednostce czasu oddestylowuje się taką ilość produktu końcowego, jaka powstaje na skutek połączenia chloru z etylenem. Z tego względu odparowana ilość produktu praktycznie odpowiada doprowadzonej ilości chloru i etylenu.

Sposobem według wynalazku proces można również prowadzić w obecności niereaktywnego wyżej wrzącego rozpuszczalnika organicznego.

Sposób według wynalazku ilustruje poniższy przykład, w którym proces wytwarzania 1,2-dwuchloroetanu opisano na podstawie załączonego schematu.

Przykład. Mieszaninę reakcyjną, którą w większości stanowi 1,2-dwuchloroetan, utrzymuje się w obiegu kołowym za pomocą pompy obiegowej 1. W reaktorze 2, mieszanina reakcyjna znajduje się w stanie wrzenia. Do przewodu ciśnieniowego pompy wtłacza się przez przewód 3 725 kg/h gazowego chloru, a przez przewód 4 287 kg/h etylenu o czystości 99%. Przy wejściu do reaktora składniki reakcji są już praktycznie biorąc wymieszane ze sobą. Ciepło wydzielone w czasie reakcji odprowadza się częściowo za pośrednictwem chłodnicy 5. Pozostałą część ciepła zużywa się do oddestylowania produktu.

Szybkość destylacji nastawia się za pomocą regulatora chłodzenia 6 w taki sposób, że ilość produktu odparowana w jednostce czasu jest równa ilości surowców doprowadzonych w tym czasie, w związku z czym poziom cieczy w reaktorze jest

praktycznie stały. Regulator 6 jest sterowany przez poziom cieklej mieszaniny reakcyjnej w reaktorze. Na skutek niewielkiej szybkości korozji stalowej aparatury, mieszanina reakcyjna zawiera małą ilość chlorku żelaza, który powstrzymuje przebieg reakcji substytucji, zwłaszcza hamuje tworzenie trójchloroetanu.

Uchodzącą przez głowicę mieszaninę oparów poddaje się skropleniu i schłodzeniu do około 60°C w skraplaczu 7 i odbiera w rozdzielaczu 8. Z gazami resztkowymi ulatnia się 1,2-dwuchloroetan w ilości 28 kg/h, jednak w większości zostaje on skroplony na skutek schłodzenia gazów resztkowych do temperatury 20—25°C w skraplaczu 9 i zawrócony do rozdzielacza 8. W rozdzielaczu tym zbiera się produkt w ilości około 1000 kg/h o składzie wagowym:

1,2-dwuchloroetan	99,5%
1,1,2-trójchloroetan	0,3%
1,1-dwuchloroetan	26 ppm
chloroform	20 ppm
1-bromo-2-chloroetan	390 ppm
chlorek etylu	1145 ppm
chlorek winylu	2 ppm
etylen	340 ppm
składniki wyżej wrzące	77 ppm

Odpowiada to wydajności całkowitej 98,3% wydajności teoretycznej w stosunku do wprowadzonego etylenu. Ilość gazów resztkowych opuszczających instalację w ciągu 1 godziny wynosi 12 kg. Gazy te mają następujący skład wagowy:

1,2-dwuchloroetan	3,0%
etylen	12,4%
chlor	1,7%
chlorowodór	8,4%
gazy obojętne	74,5%

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 1,2-dwuchloroetanu przez przyłączenie chloru do etylenu w środowisku wrzącej mieszaniny reakcyjnej złożonej głównie z końcowego produktu reakcji i zawierającej chlorek żelaza oraz ewentualnie rozpuszczalnik, **znamienny tym**, że znajdującą się w reaktorze wrzącą mieszaninę reakcyjną utrzymuje się w obiegu kołowym za pomocą pompy, przy czym do reaktora wtłacza się przewodem ciśnieniowym równomolowe ilości chloru i etylenu, a wydzielone ciepło reakcji częściowo wykorzystuje się do oddestylowania produktu końcowego i częściowo odprowadza drogą chłodzenia, przy czym w jednostce czasu oddestylowuje się produkt końcowy w ilości równej ilości doprowadzonego etylenu i chloru.

