



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109651067 A

(43)申请公布日 2019.04.19

(21)申请号 201811654100.0

(22)申请日 2018.12.29

(71)申请人 南通东港化工有限公司

地址 226400 江苏省南通市如东县洋口化工园区

(72)发明人 张海鹏 钱文进 葛乃鹏 印小锋 孙建良 姚李亮 梁红钰

(74)专利代理机构 北京一格知识产权代理事务所(普通合伙) 11316

代理人 钟廷良

(51)Int.Cl.

C07C 17/04(2006.01)

C07C 17/383(2006.01)

C07C 17/38(2006.01)

C07C 19/05(2006.01)

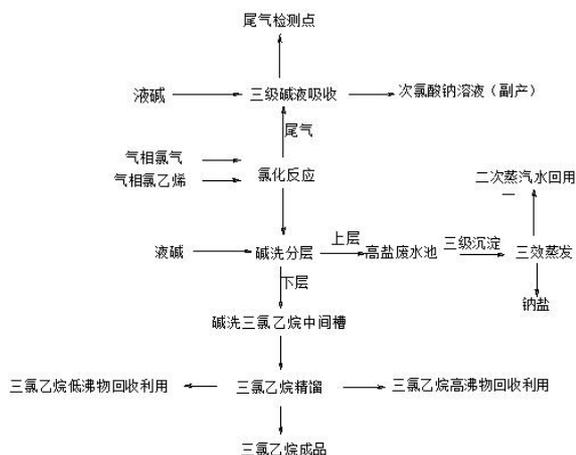
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种1,1,2-三氯乙烷的制备工艺

(57)摘要

本发明涉及一种1,1,2-三氯乙烷的制备工艺,该制备工艺包括如下步骤:(1)将氯乙烯跟氯气送入氯化反应器,生成的1,1,2-三氯乙烷一部分经过氯化反应器上部溢流口溢流至氯化液储槽;(2)将氯化液储槽中的氯化液打入碱洗釜中进行碱洗,然后静置分层,下层为无色透明液体放置1,1,2-三氯乙烷粗品槽利用碱洗三氯乙烷中间泵打入1,1,2-三氯乙烷粗品大槽供三氯乙烷精馏用;(3)将1,1,2-三氯乙烷粗品通过低沸塔,液体进入三氯乙烷低沸物收集罐,塔底物料通过高沸塔进料泵泵入高沸塔进行精制;(4)进入高沸塔物料经高沸塔再次精馏,液体进入分子筛罐利用液位差进入1,1,2-三氯乙烷成品大槽。本发明的优点在于:本发明能够节省资源且降低生产成本。



1. 一种1,1,2-三氯乙烷的制备工艺,其特征在于:所述制备工艺包括如下步骤:

步骤1:氯气加成:将氯乙烯槽中的物料通过屏蔽泵打入氯乙烯高位槽经调节阀A控制利用液位差进入氯乙烯蒸发器,气化后再经氯乙烯缓冲罐到达氯乙烯流量计;液氯通过氯气钢瓶经调节阀B控制进入氯气盐水汽化池,气化后经氯气缓冲罐到达氯气流量计;然后将氯乙烯跟氯气按摩尔比为1:1.05~1.1的流量进入氯化反应器,在铁环为催化剂的作用下进行加成反应,控制反应温度为40℃~45℃,反应热由氯化循环泵强制循环,通过冷凝器的循环水带走,生成的1,1,2-三氯乙烷一部分参加母液循环,一部分经过氯化反应器上部溢流口溢流至氯化液储槽;

步骤2:碱洗分层:打开碱洗釜真空阀,启动真空碱液循环泵,在真空条件下,将氯化液储槽中的氯化液通过氯化液打料泵打入碱洗釜中,达到规定液位后停氯化液打料泵启动搅拌电机,在真空条件下搅拌15~25min,此过程中,部分废气从氯化液中逸出,通过真空碱液进行吸收,当真空碱液中NaOH<1%、NaClO<sub>2</sub>≥10%时切换,通过真空碱液循环泵泵入次氯酸钠槽中,关闭真空阀打开尾气阀往碱洗釜内滴加来自碱计量槽中的液碱,利用碱洗釜夹套冷却循环水控制碱洗釜温度在20~30℃之间,取样分析上部高盐废水PH值为7~8时终止滴加液碱,然后静置分层,静置20~40min后从釜底部下料视镜放料,下层为无色透明液体放置1,1,2-三氯乙烷粗品槽利用碱洗三氯乙烷中间泵打入1,1,2-三氯乙烷粗品大槽供三氯乙烷精馏用,上层为微黄色高盐废水放入碱洗废水中间池再经高盐废水输出泵打入三级沉淀池,经三效蒸发、浓缩处理后,产生的二次蒸汽水车间回用,钠盐外售处理;

步骤3:一次精馏:将1,1,2-三氯乙烷粗品大槽通过打料泵,打入粗品1,1,2-三氯乙烷高位槽利用液位差进入低沸塔,经低沸塔再沸器加热至105~115℃,将其中的低沸物转化为气体,经低沸塔塔顶冷凝器控制塔顶温度为95~105℃,气体经低沸塔全凝器和低沸塔尾气冷凝器冷却后,液体进入三氯乙烷低沸物收集罐,塔底物料通过高沸塔进料泵泵入高沸塔进行精制;

步骤4:二次精馏:进入高沸塔物料经高沸塔再沸器加热至115~125℃,将1,1,2-三氯乙烷转化为气体,通过高沸塔塔顶冷凝器控制塔顶温度为112~116℃,气体经高沸塔全凝器和高沸塔尾气冷凝器冷却后,液体进入分子筛罐利用液位差进入1,1,2-三氯乙烷成品大槽。

2. 根据权利要求1所述的1,1,2-三氯乙烷的制备工艺,其特征在于:所述步骤1中氯乙烯槽和氯乙烯高位槽的内部压力均控制在0.2~0.3MPa,温度均控制在15~25℃。

3. 根据权利要求1所述的1,1,2-三氯乙烷的制备工艺,其特征在于:所述步骤1中氯乙烯蒸发器的夹套热水温度控制在45~55℃。

4. 根据权利要求1所述的1,1,2-三氯乙烷的制备工艺,其特征在于:所述步骤2中滴加液碱,液碱选用质量百分浓度为15%~18%的液碱。

## 一种1,1,2-三氯乙烷的制备工艺

### 技术领域

[0001] 本发明属于化工领域,涉及一种生产 1,1,2- 三氯乙烷的工艺,具体是一种以氯乙烯为原料制备1,1,2- 三氯乙烷的工艺。

### 背景技术

[0002] 1,1,2- 三氯乙烷是一种重要的化工原料,可用于制备偏二氯乙烯等化工产品。1,1,2-三氯乙烷一般是以氯乙烯与氯气为原料的氯化产物。反应方程式为: $\text{CHCl}=\text{CH}_2+\text{Cl}_2\rightarrow\text{CHCl}_2-\text{CH}_2\text{Cl}$ 。

[0003] 许多文献和专利公开了制备1,1,2- 三氯乙烷,如专利CN 100335450C公开了一种制备1,1,2- 三氯乙烷,包括如下步骤:以1,1,2- 三氯乙烷为循环介质,送入第一混合喷射装置,氯乙烯通过第一混合喷射装置的氯乙烯入口被抽吸入第一混合喷射装置的混合区,然后溶解于1,1,2- 三氯乙烷的氯乙烯送入第二混合喷射装置,氯气通过第二混合喷射装置的氯气入口被抽吸入第二混合喷射装置的混合区,在第二混合喷射装置的混合区,氯乙烯与氯气混合预反应,然后进入装有静态混合构件的主管道反应器继续反应,生成1,1,2-三氯乙烷,反应后的产物,通过气液分离器分离,进入后续工段,氯乙烯转化率可达到98%以上,选择率可达到96%以上,便于工业化推广使用;但是该生产方法存在一定的缺点:生产过程中需要使用混合喷射装置和装有静态混合构件的主管道反应器,这些装置结构相对复杂,占用空间大,进而会增加生产成本;同时,生产过程中产生的副产物,不能加以回收利用,大大浪费资源,进一步增加生产成本。

[0004] 因此,研发一种能够节省资源且降低生产成本的1,1,2-三氯乙烷的制备工艺是非常有必要的。

### 发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是提供一种能够节省资源且降低生产成本的1,1,2-三氯乙烷的制备工艺。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明的技术方案为:一种1,1,2-三氯乙烷的制备工艺,其创新点在于:所述制备工艺包括如下步骤:

步骤1:氯气加成:将氯乙烯槽中的物料通过屏蔽泵打入氯乙烯高位槽经调节阀A控制利用液位差进入氯乙烯蒸发器,气化后再经氯乙烯缓冲罐到达氯乙烯流量计;液氯通过氯气钢瓶经调节阀B控制进入氯气盐水汽化池,气化后经氯气缓冲罐到达氯气流量计;然后将氯乙烯跟氯气按摩尔比为1:1.05~1.1的流量进入氯化反应器,在铁环为催化剂的作用下进行加成反应,控制反应温度为40℃~45℃,反应热由氯化循环泵强制循环,通过冷凝器的循环水带走,生成的1,1,2,-三氯乙烷一部分参加母液循环,一部分经过氯化反应器上部溢流口溢流至氯化液储槽;

步骤2:碱洗分层:打开碱洗釜真空阀,启动真空碱液循环泵,在真空条件下,将氯化液储槽中的氯化液通过氯化液打料泵打入碱洗釜中,达到规定液位后停氯化液打料泵启动搅拌电机,在真空条件下搅拌15~25min,此过程中,部分废气从氯化液中逸出,通过真空碱液

进行吸收,当真空碱液中 $\text{NaOH} < 1\%$ 、 $\text{NaClO} \geq 10\%$ 时切换,通过真空碱液循环泵泵入次氯酸钠槽中,关闭真空阀打开尾气阀往碱洗釜内滴加来自碱计量槽中的液碱,利用碱洗釜夹套冷却循环水控制碱洗釜温度在 $20 \sim 30^\circ\text{C}$ 之间,取样分析上部高盐废水PH值为 $7 \sim 8$ 时终止滴加液碱,然后静置分层,静置 $20 \sim 40\text{min}$ 后从釜底部下料视镜放料,下层为无色透明液体放置1,1,2-三氯乙烷粗品槽利用碱洗三氯乙烷中间泵打入1,1,2-三氯乙烷粗品大槽供三氯乙烷精馏用,上层为微黄色高盐废水放入碱洗废水中间池再经高盐废水输出泵打入三级沉淀池,经三效蒸发、浓缩处理后,产生的二次蒸汽水车间回用,钠盐外售处理;

步骤3:一次精馏:将1,1,2-三氯乙烷粗品大槽通过打料泵,打入粗品1,1,2-三氯乙烷高位槽利用液位差进入低沸塔,经低沸塔再沸器加热至 $105 \sim 115^\circ\text{C}$ ,将其中的低沸物转化为气体,经低沸塔塔顶冷凝器控制塔顶温度为 $95 \sim 105^\circ\text{C}$ ,气体经低沸塔全凝器和低沸塔尾气冷凝器冷却后,液体进入三氯乙烷低沸物收集罐,塔底物料通过高沸塔进料泵泵入高沸塔进行精制;

步骤4:二次精馏:进入高沸塔物料经高沸塔再沸器加热至 $115 \sim 125^\circ\text{C}$ ,将1,1,2-三氯乙烷转化为气体,通过高沸塔塔顶冷凝器控制塔顶温度为 $112 \sim 116^\circ\text{C}$ ,气体经高沸塔全凝器和高沸塔尾气冷凝器冷却后,液体进入分子筛罐利用液位差进入1,1,2-三氯乙烷成品大槽。

[0007] 进一步地,所述步骤1中氯乙烯槽和氯乙烯高位槽的内部压力均控制在 $0.2 \sim 0.3\text{MPa}$ ,温度均控制在 $15 \sim 25^\circ\text{C}$ 。

[0008] 进一步地,所述步骤1中氯乙烯蒸发器的夹套热水温度控制在 $45 \sim 55^\circ\text{C}$ 。

[0009] 进一步地,所述步骤2中滴加液碱,液碱选用质量百分浓度为 $15\% \sim 18\%$ 的液碱。

[0010] 本发明的优点在于:本发明1,1,2-三氯乙烷的制备工艺,以氯乙烯和氯气为原料,通过常规化工生产设备进行反应,条件温和,氯化反应生成的1,1,2-三氯乙烷一部分参加母液循环,可以使得生成的1,1,2-三氯乙烷能够加以回收利用,碱液分层中的高盐废水则经三效蒸发、浓缩处理后,产生的二次蒸汽水车间回用,该生产工艺可使各步骤产生的副产物加以回收利用,能够大大节省资源,此外,可以进一步降低生产成本。

## 附图说明

[0011] 下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细的说明。

[0012] 图1为本发明1,1,2-三氯乙烷的制备工艺的流程图。

## 具体实施方式

[0013] 下面的实施例可以使本专业的技术人员更全面地理解本发明,但并不因此将本发明限制在所述的实施例范围之中。

## 实施例

[0014] 本实施例1,1,2-三氯乙烷的制备工艺,该制备工艺包括如下步骤:

步骤1:氯气加成:将内部压力控制在 $0.25\text{MPa}$ ,温度控制在 $20^\circ\text{C}$ 的氯乙烯槽中的物料通过屏蔽泵打入内部压力控制在 $0.25\text{MPa}$ ,温度控制在 $20^\circ\text{C}$ 的氯乙烯高位槽经调节阀A控制利用液位差进入氯乙烯蒸发器,氯乙烯蒸发器的夹套热水温度控制在 $50^\circ\text{C}$ ,气化后再经氯乙

烯缓冲罐到达氯乙烯流量计；液氯通过氯气钢瓶经调节阀B控制进入氯气盐水汽化池，气化后经氯气缓冲罐到达氯气流量计；然后将氯乙烯跟氯气按摩尔比为1:1.075的流量进入氯化反应器，在铁环为催化剂的作用下进行加成反应，控制反应温度为40℃~45℃，反应热由氯化循环泵强制循环，通过冷凝器的循环水带走，生成的1,1,2-三氯乙烷一部分参加母液循环，一部分经过氯化反应器上部溢流口溢流至氯化液储槽；

步骤2:碱洗分层:打开碱洗釜真空阀,启动真空碱液循环泵,在真空条件下,将氯化液储槽中的氯化液通过氯化液打料泵打入碱洗釜中,达到规定液位后停氯化液打料泵启动搅拌电机,在真空条件下搅拌20min,此过程中,部分废气从氯化液中逸出,通过真空碱液进行吸收,当真空碱液中NaOH<1%、NaClO<sub>2</sub>≥10%时切换,通过真空碱液循环泵泵入次氯酸钠槽中,关闭真空阀打开尾气阀往碱洗釜内滴加来自碱计量槽中质量百分浓度为16%的液碱,利用碱洗釜夹套冷却循环水控制碱洗釜温度在20~30℃之间,取样分析上部高盐废水PH值为7~8时终止滴加液碱,然后静置分层,静置30min后从釜底部下料视镜放料,下层为无色透明液体放置1,1,2-三氯乙烷粗品槽利用碱洗三氯乙烷中间泵打入1,1,2-三氯乙烷粗品大槽供三氯乙烷精馏用,上层为微黄色高盐废水放入碱洗废水中间池再经高盐废水输出泵打入三级沉淀池,经三效蒸发、浓缩处理后,产生的二次蒸汽水车间回用,钠盐外售处理;

步骤3:一次精馏:将1,1,2-三氯乙烷粗品大槽通过打料泵,打入粗品1,1,2-三氯乙烷高位槽利用液位差进入低沸塔,经低沸塔再沸器加热至110℃,将其中的低沸物转化为气体,经低沸塔塔顶冷凝器控制塔顶温度为100℃,气体经低沸塔全凝器和低沸塔尾气冷凝器冷却后,液体进入三氯乙烷低沸物收集罐,塔底物料通过高沸塔进料泵泵入高沸塔进行精制;

步骤4:二次精馏:进入高沸塔的物料经高沸塔再沸器加热至120℃,将1,1,2-三氯乙烷转化为气体,通过高沸塔塔顶冷凝器控制塔顶温度为114℃,气体经高沸塔全凝器和高沸塔尾气冷凝器冷却后,液体进入分子筛罐利用液位差进入1,1,2-三氯乙烷成品大槽。

[0015] 本实施例1,1,2-三氯乙烷的制备工艺中,氯乙烯转化率可达到98.5%,选择率可达到96.8%。

[0016] 以上显示和描述了本发明的基本原理和主要特征以及本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。

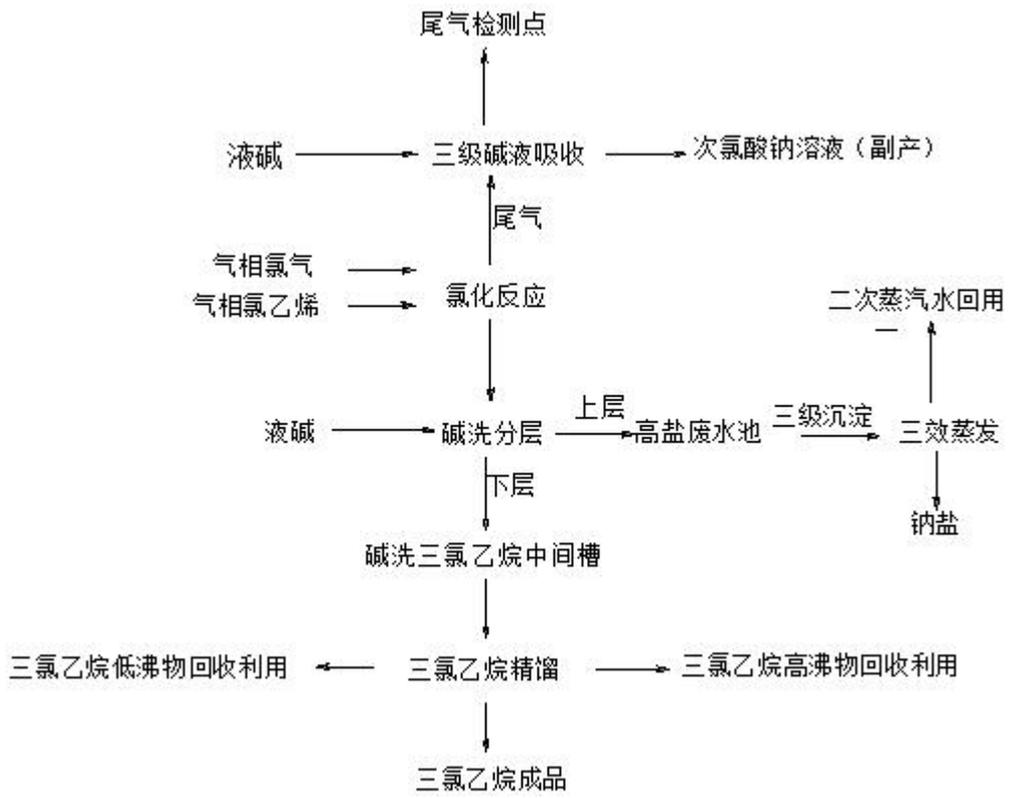


图1