



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.

C07C 29/62 (2006.01)
C07C 31/36 (2006.01)
C07C 29/00 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0015902
(43) 공개일자 2007년02월06일

(21) 출원번호 10-2006-7004320

(22) 출원일자 2006년03월02일

심사청구일자 없음

번역문 제출일자 2006년03월02일

(86) 국제출원번호 PCT/CZ2004/000049

(87) 국제공개번호 WO 2005/021476

국제출원일자 2004년08월23일

국제공개일자 2005년03월10일

(30) 우선권주장 PV 2003-2346 2003년09월01일 체코(CZ)

(71) 출원인 스폴렉 프로 케미코우 어 허트니 비로부, 아크시오바 스폴렉노스트
체코 공화국, 400 32 유스티 나드 라벸, 레볼루크니 86

(72) 발명자 쿠비췌, 파벨
체코 공화국, 405 32 데신, 자 바잔트니시 1786/9,
스라텍, 페트르
체코 공화국, 403 02 세부진 28
부리코바, 이바나
체코 공화국, 400 01 유스티나드 라벸, 모스노바 1369/30

(74) 대리인 박경재

전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 글리세린으로부터 디클로로프로판올의 제조 방법

(57) 요약

반응수를 연속적으로 제거하면서 70-140℃ 범위의 반응 온도에서 적어도 하나의 연속적인 반응 구역에서 수행되고, 상기 액체 피드가 적어도 50중량%의 글리세린 및/또는 모노클로로프로판디올들을 함유하는 것인, 디클로로프로판올 생성물들인 1,3-디클로로-2-프로판올 및 2,3-디클로로-1-프로판올로의 고도로 선택적인 촉매 반응 하이드로클로린화. 이 방법은 액체-가스 유형의 연속적인 흐름 반응기들의 캐스케이드 또는 연속적으로 작동하는 1-단계 순환 반응기에서 수행될 수 있다.

특허청구의 범위

청구항 1.

하이드로클로린화가 반응수를 연속적으로 제거하면서 70-140℃ 범위의 반응 온도에서 적어도 하나의 연속적인 반응 구역에서 수행되고, 상기 액체 피드가 적어도 50중량%의 글리세린 및/또는 모노클로로프로판디올들을 함유하는 것을 특징으로 하는, 카르복실산의 촉매 반응에 의해 가스상 염화수소에 의한 글리세린 및/또는 모노클로로프로판디올들의 하이드로클로린화에 의한 디클로로프로판올인 1,3-디클로로-2-프로판올 및 2,3-디클로로-1-프로판올의 제조 방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 상기 액체 피드가 80-100중량%의 글리세린을 함유하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 3.

제1항에 있어서, 상기 액체 피드가 모노클로로프로판디올로서 3-클로로-1,2-프로판디올 및/또는 2-클로로-1,3-프로판디올을 함유하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 4.

상기 항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 촉매 반응이 아세트산에 의해 이루어지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5.

상기 항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응이 100-110℃의 온도에서 수행되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 6.

상기 항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응수를 제거하는 것이 증류에 의해 이루어지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 7.

제6항에 있어서, 상기 증류는 반응 구역에 연결된 정류 구역에서 감압 하에 수행되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 8.

제6항 또는 제7항에 있어서, 증류에 의해 반응수를 제거하는 것과 함께, 생성물인 디클로로프로판올의 적어도 부분적인 주요 수집이 이루어지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 9.

제6항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 디클로로프로판올 및 모노클로로프로판디올이 공정으로 재순환되는 것으로부터 제2 수집이 이루어지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 10.

제9항에 있어서, 상기 반응 혼합물의 2차로 수집된 잔류 밸런스는 증류 잔류물로서 높은 비등 온도의 폐기 생성물 및 증류물로서 반응기로 재순환되는 디클로프로판올 및 모노클로로프로판디올을 분리하기 위해 감압 하에 증류되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 11.

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 반응수가 수집되는 것과 함께 생성물인 디클로로프로판올의 부분 수집이 이루어지는 연속적인 흐름 반응 구역들의 캐스케이드에서 증류에 의해 수행되고, 이 캐스케이드의 개별 반응 구역들 하류에 항상 위치하고, 증류 잔류물이 캐스케이드의 다음 구역 내로 공급되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 12.

제11항에 있어서, 상기 캐스케이드의 최종 단계에 존재하는 반응 혼합물이 2-단계 증류에 적용되고, 제1 단계에서, 반응수가 증류물로서 디클로로프로판올 반응 생성물과 함께 분리되고, 제2 단계에서, 높은 비등 온도의 폐기 생성물들이 증류 잔류물로서 분리되고, 디클로로프로판올 및 모노클로로프로판디올들이 증류물로서 분리되고, 공정으로, 바람직하게는 캐스케이드의 제1 단계로 되돌려 재순환되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13.

증류 디바이스 내에 위치하는 외부 순환 부분을 갖는 순환 반응기를 포함하는, 제1항 내지 제10항 중 어느 한 항의 방법을 수행하는 장치.

청구항 14.

증류 디바이스들이 개개의 캐스케이드 단계 하류에 위치하는 연속적인 흐름 반응기들의 캐스케이드를 포함하는, 제11항 또는 제12항의 방법을 수행하는 장치.

청구항 15.

제14항에 있어서, 상기 캐스케이드의 부재들의 수가 1 내지 5인 장치.

청구항 16.

제14항 또는 제15항에 있어서, 상기 캐스케이드의 부재들의 수가 3인 장치.

명세서

기술분야

본 발명은 화학 공학 분야인 에피클로로히드린의 생산 기술에 관한 것이다. 에피클로로히드린은 제조 공업을 위한 에폭시 수지들, 합성 엘라스토머들, 사이징 시약들(sizing agents) 등의 생산을 위해 중요한 원료 물질들이다.

배경기술

에피클로히드린의 공업적 생산에서

- 프로판의 알릴 클로라이드로의 고온 라디칼 치환 염소화;
- 알릴 클로라이드에 하이포아염소산을 부가함으로써 이루어지는 디클로로프로판올의 제조; 및
- 디클로로프로판올을 알칼리 수용액에 의해 에피클로로히드린으로 만드는 데히드로클로린화를 포함하는 기술이 가장 널리 사용되고 있다.

상기 이러한 기술 모두의 기본 특징들은 다음과 같다:

- 약 73%의 출발 프로필렌에 기초한 합성의 비교적 중간 정도의 전체 수율;
- 약 38%의 염소에 기초한 합성의 낮은 수율;
- 에너지의 높은 단위 소비;
- 에피클로로히드린, 오염 AOX(흡착성 유기 할로젠화물), DIS(용해된 무기 염) 및 COD(화학적 산소 요구량)의 약 35m³/f의 폐수의 높은 단위 부피; 및
- 공정에서 위험한 프로판의 사용 및 증발된 염소.

다음:

- 아세트산에 의한 프로펜의 알릴 아세테이트로의 팔라듐-촉매된 산화;
- 알릴 아세테이트의 알릴 알콜로의 카텍스-촉매된 가수 분해;
- 알릴 알콜의 디클로로프로판올로의 촉매 염소화; 및
- 디클로로프로판올의 에피클로로히드린으로의 알칼리 데히드로클로린화를 포함하는 Showa-Denko (예, USP 5,011,980, USP5,227,541 또는 USP 4,634,784)의 기술이 작은 정도까지만 널리 사용되고 있다.

두 경우, 기본 출발 물질들은 프로펜, 염소 및 알칼리, 예를 들면 수산화 칼슘 또는 수산화 나트륨이다.

따라서, 경제성, 환경성 및 안전성의 이유로, 새로운 합성 경로들이 세계적으로 구해지고 있다. 수년 동안, 티탄 실리칼라이트들에 기재한 촉매들을 사용함으로써 과산화수소 또는 유기 과산화수소에 의해 알릴 클로라이드를 에피클로로히드린으로 직접적으로 촉매 산화시키는 공정을 관리하려는 시도들(예, USP 5,446,835, USP 6,187,935, USP 6,288,248 또는 USP 6,103,915)이 이루어져 왔으나 오늘날까지 어느 것도 상용화되지 못하였다.

추가 가능한 합성 경로들 중의 하나는 20세기가 시작된 이래 공지되어 왔으며; 그의 원리는 Boehringer의 특허 (C.F. und Sohne, Waldhof b. Mannheim: Verfahren zur Darstellung von Mono- und Dichlorhydrin aus Glycerin und gasformiger Salzsäure, 독일 특허 제197308, 1906)에 따라 무수 염화 수소에 의한 글리세린의 촉매적 하이드로클로린화에 놓인다.

그 원리는 촉매로서 카르복실산의 존재하에 염화수소와 글리세린의 반응으로, 1,3-디클로로-2-프로판올 및 물을 제공한다. 이 반응은 약 100°C의 온도에서 액체 상으로 수행된다. 압력은 대기압 또는 반응 혼합물 중의 가스상 HCl의 용해도를 증가시키기 위해 상승된 압력일 수 있다. 균질한 아세트산 촉매의 최적 농도는 약 1-2중량%이고; 보다 높은 농도에서 바람직하지 못한 부산물들이 보다 큰 정도까지 형성되고, 이는 수율을 낮춘다. 아세트산 외에, 그 특허는 다른 카르복실산인 시험되고 있는 프로피온산을 언급한다. 물의 분리 없이 배치 배열의 공개된 수율은 제어된 재산출에서 약 75%의 양에 달한다. 수율을 증가시키고, 염화수소 손실을 감소하기 위해, 기본 문제는 디클로로프로판올을 발생시키는 쪽으로 평형을 이동시키기 위해 반응수를 제거하는 것이다.

미합중국 특허 USP 2,144,612는 여러 종류의 불활성의 수불혼화성 용매들, 예를 들면 디-n-부틸 에테르, 에틸렌 디클로라이드, 프로필렌 디클로라이드 또는 클로로벤졸을 사용함으로써 적절한 반응 온도에서 반응수를 충분히 제거하는 문제를 해결하려 노력하였고, 산 증류물로서 반응수를 제거하게 하였다. 이 특허는 단지 소량의 잔류물이 형성되고, 반응은 완료까지 용이하게 수행될 수 있고, 반응 생성물로서 얻어지는 글리세롤-디클로로히드린의 용액은 실질적으로 물이 없고, 분리하기 어려운 수성 산 용액 중의 글리세롤-디클로로히드린의 손실은 최소화됨을 언급한다. 또한, 글리세린 입력량에 기초하여 5% 범위의 높은 촉매 함량이 언급된다.

미합중국 특허 USP 2,198,600은 디클로로프로판올에 적절한 유기 용매, 바람직하게는 디-n-부틸 에테르를 사용하여 추출에 의해 산 증류물로부터 디클로로프로판올을 정제 및 회수하는 문제를 해결하려 노력하였다.

각각의 특허에 개시된 상기 모든 방법들은 불연속적인 배치 공정들로서 개발되었다.

공업적인 규모에서, 그러한 방법들은 염화 수소의 큰 손실, 몇 시간 내지 수십 시간에 이르는 긴 체류 시간을 갖는 여러 배치 반응 단계들의 필요성 및 그에 따른 장치들의 크기에 대한 큰 수요, 원료 물질 및 생성물들의 관리, 폐기물 스트림 위생 설비, 노동 위생 등 때문에 실행 가능하지 않다. 또한, 공업적 규모로 허용될 수 있는 적절한 결과들을 위해 필요한 불활성 용매들의 현저한 부분의 사용은 반응기 부피들을 현저히 증가시키고, 용매 핸들링, 처리, 회수 등을 위한 많은 추가의 장비들을 필요로 한다.

이러한 이유 때문에, 출발 물질들의 높은 변환, 생성물들의 높은 수율 및 반응 시스템의 높은 선택성을 특징으로 하는 1,3-디클로로-2-프로판올 및/또는 2,3-디클로로-1-프로판올의 연속적인 제조 방법이 개발되고 있다.

발명의 상세한 설명

본 발명은 카르복실산의 촉매 반응에 의해 가스상 염화수소에 의한 글리세린 및/또는 모노클로로프로판디올들의 하이드로클로린화에 의한 디클로로프로판올인 1,3-디클로로-2-프로판올 및 2,3-디클로로-1-프로판올의 제조 방법으로 구성되고, 상기 하이드로클로린화는 반응수를 연속적으로 제거하면서 70-140°C 범위의 반응 온도에서 적어도 하나의 연속적인 반응 구역에서 수행되고, 상기 액체 피드가 적어도 50중량%의 글리세린 및/또는 모노클로로프로판디올들을 함유한다.

이 방법은 공업적으로 허용되는 수율에 도달하기 위해 용매들과 같은 임의의 추가의 화합물들을 필요로 하지 않는다. 디클로로프로판올들과 별도로 반응수 및 소량의 촉매 아세트산 및 미반응 염화 수소를 역시 함유하는 생성물들의 혼합물은 에피클로로히드린 합성의 다음 반응 단계를 위해, 예를 들면 알칼리 데히드로클로리네이션을 위해 임의의 처리 없이 바람직하게 사용될 수 있다.

바람직하게는, 상기 액체 피드는 80-100중량%의 글리세린을 함유하고, 카르복실산 촉매는 바람직하게는 아세트산이다.

반응 온도는 바람직하게는 100-110°C이다.

하이드로클로린화는 액체-가스 유형의 연속적인 흐름 반응기들의 캐스케이드에서 또는 연속적으로 작동되는 1-단계 순환 반응기에서 수행될 수 있다.

출발 글리세린의 디클로로프로판올 생성물로의 바람직한 변환을 달성하기 위해, 촉매의 존재와 별도로, 바람직하게는 감압 하의 증류에 의해 화학적 평형의 이유로 반응 환경으로부터 반응수를 제거하는 것이 필요하다.

순환 반응기의 경우에, 원료 물질인 글리세린, 염화 수소 및 아세트산 촉매가 반응기 자체의 상류의 외부 순환 부분 내로 공급될 수 있고, 디클로로프로판올 생성물 및 반응수의 주요 수집을 위해, 반응 디바이스는 순환 부분 내에, 바람직하게는 감압 하에 작동하는 증류 컬럼에 위치할 수 있다. 반응 생성물의 나머지 밸런스는 순환 부분으로부터 2차로 수집될 수도 있고, 디클로로프로판올 생성물 모노클로로프로판올 반응 중간체의 회수 후, 반응으로 복귀되고, 목적하지 않는 생성물들의 혼합물을 함유하는 잔류물은 추가로 처리된다. 이 회수는 감압 하에 증류에 의해 유리하게 수행될 수 있고, 바람직하지 못한 높은 온도에서 비등하는 폐기 생성물들이 증류 잔류물로서 남겨진다.

반응 순환량과 글리세린 입력량 사이의 비율과 같은 순환 반응기의 파라미터들의 세트를 밸런싱함으로써, 제2 수집량과 글리세린 입력량 사이의 비율, 반응 온도, 반응 순환 등에서 연속적인 주요 증류에서 감압 수치, 공정의 최적화 및 그의 수율이 달성될 수 있다.

연속적인 흐름 반응기들의 캐스케이드의 경우에, 이 캐스케이드의 부재들의 수는 1 내지 5의 범위, 바람직하게는 3일 수 있다. 원료 물질인 글리세린, 염화 수소 및 아세트산 촉매는 캐스케이드의 제1 부재 내로 공급되고; 염화수소 및 촉매 손실에 대한 보충물은 다시 다른 부재들 내로 공급된다. 공정수의 증류는 항상 캐스케이드의 개별 부재들 사이에 위치한다. 공정수 및 디클로로프로판올 생성물의 일부를 증류시켜 제거한 후, 증류 잔류물은 캐스케이드의 다음 부재에서 하이드로클로린화에 적용된다. 전체 수율을 증가시키기 위해, 캐스케이드의 최종 부재로부터 반응수 및 디클로로프로판올을 완전히 증류시킨 후 증류 잔류물로부터 디클로로프로판올들 및 반응 중간체인 모노클로로프로판올들을 회수할 것이 권장된다. 회수는 바람직하게는 감압 하에 증류에 의해 수행될 수 있고, 여기서 높게 비등하는 폐기 생성물들은 증류 잔류물로서 분리되고, 증류물은 반응기로, 바람직하게는 캐스케이드의 제1 부재 내로 되돌려 재순환되는 디클로로프로판올들 및 모노클로로프로판디올들이다.

일반적으로, 액체-가스 유형의 반응을 위한 임의의 반응기는 교반 반응기, 버블 타워(컬럼), 액체-가스 접촉을 위해 다양하게 충전된 컬럼, 방출 반응기 등과 같은 반응기 자체에 대해 선택될 수 있다.

가스상 염화수소를 분산시키기 위해, 노즐, 천공된 플레이트들 또는 파이프들, 미소다공성 플레이트들, 방출기들 등의 임의의 분산 수단이 사용될 수 있다.

반응기 내의 압력은 대기압이거나 또는 반응 혼합물 내의 염화 수소의 보다 나은 용해도를 위해 상승된 압력일 수 있다. 반응기 내의 온도는 70-140°C 범위, 바람직하게는 100-110°C 범위일 수 있다.

시스템의 전체 평균 체류 시간은 글리세린의 요구되는 전체 변환 및 디클로로프로판올 생성물의 전체 수율에 따라 5-40시간 범위에서 선택될 수 있다.

반응수를 분리하기 위해 감압 하의 증류를 위해, 증류를 위한 임의의 디바이스, 예를 들면 열원의 존재 또는 부재 하의 여러 구축물들의 증발기, 트레이들과 같은 여러 내부물을 갖는 정류 컬럼, 구조화된 패키징, 랜덤 패키징 등이 사용될 수 있다.

회수 증류를 위한 디바이스들로서, 증류를 위해 일반적으로 공지된 장치들, 예를 들면 여러 유형의 증발기들 또는 증류 시스템들이 사용될 수 있다.

출발 물질인 글리세린은 다양한 품질의 여러 글리세린 함량 및 여러 종류의 불순물로 이루어질 수 있다. 여러 가지 함량의 글리세린을 갖는 증류된 글리세린이 사용될 수 있고; 90.9-99.9%의 함량이 바람직하다. 또한, 여러 가지 함량의 글리세린을 갖는 조 글리세린이 사용될 수 있고; 80.0-90.0%의 함량이 바람직하다.

대안으로, 글리세린 피드는 부분적으로 또는 전체적으로 모노클로로프로판디올(특히 3-클로로-1,2-프로판디올 및/또는 2-클로로-1,3-프로판디올)로 대체될 수 있고, 임의로 염산 용액에 의한 글리세린의 하이드로클로린화 등의 다른 방법들에 의해 제조될 수 있다.

실시예

실시예 1

본 발명의 개시 내용에 따라, 다음 실험이 수행되었다. 반응 혼합물이 외부 순환되는 수직 실린더로 구성된 순환 컬럼 반응기에서, 97.5%의 글리세린, 2%의 아세트산 및 0.5%의 물을 함유하는 글리세린 피드가 5.0 kg/h의 양으로 반응기 자체 상류의 외부 순환 부분 내로 공급되었다. 가스상 염화수소는 4.6 kg/h의 양으로 고전적인 분산 디바이스들을 통해 반응기 바닥 내로 직접적으로 공급되었다. 외부 순환 부분에는 반응기 하류의 진공 정류 컬럼이 삽입되고; 디클로로프로판올 생성물, 반응수 및 잔류 염화 수소의 혼합물이 증류물로서 9.3 kg/h의 양으로 수집되었다. 증류 잔류물은 반응기로 되돌려 펌핑되었다. 반응 혼합물의 잔류 밸런스는 또한 1.4 kg/h의 양으로 정류 컬럼 하류의 순환으로부터 수집되었고, 이는 디클로로프로판올 생성물 및 모노클로로프로판디올 반응 중간체를 회수하기 위해 증발기 내에서 진공 증류에 적용되었고, 이는 글리세린 피드와 함께 1.2 kg/h의 양으로 반응으로 되돌려졌다. 바람직하지 못한 생성물들의 혼합물을 함유하는 회수된 증류 잔류물은 탱크 내에 폐기물로서 수집되었다. 기본 파라미터들 및 결과들은 다음 표에 예시된다:

파라미터	
반응 온도	106 °C
반응기의 압력	101 kPa
글리세린의 변환	99.8%
1,3-디클로로-2-프로판올+2.3-디클로로-1-프로판올의 수율	95.6%

실시예 2

본 발명의 개시 내용에 따라, 다음 실험이 수행되었다. 모노클로로프로판디올 반응 중간체의 최종 회수 없이 3개의 캐스케이드 반응기들을 갖는 연속적인 흐름 반응기들의 캐스케이드가 순차로 모델링되었다. 97.5%의 글리세린, 2%의 아세트산 및 0.5%의 물을 함유하는 글리세린 피드가 고전적인 분산 디바이스들을 통해 염화 수소가 공급된 바와 같이 캐스케이드의 제1 부재 - 액체-가스 유형의 타워 반응기 내로 연속적으로 공급되었다. 디클로로프로판올들, 모노클로로프로판디올들 및 기타 부산물들의 혼합물을 함유하는 생성물이 탱크 내로 수집되었다. 반응을 연속적으로 수행하는 선택된 시간이 중지된 후; 생성물은 반응수, 디클로로프로판올의 일부 및 과량의 염화 수소를 증류시켜 제거하기 위해 1-단계 평형 진공 증류에 적용되었다. 이어서, 증류 잔류물은 순차로 고안된 캐스케이드의 다음 부재 내로 주입물로서 사용되었다. 캐스케이드의 최종 부재로부터 반응 혼합물과 함께 증류물들은 전체 시스템의 출력물이었다. 기본 파라미터들 및 3-원 캐스케이드의 결과들은 다음 표에 예시된다:

파라미터	
반응 온도	95 °C
압력	101 kPa
글리세린의 변환	99.9%
1,3-디클로로-2-프로판올+2.3-디클로로-1-프로판올의 수율	83.1%

실시예 3

본 발명의 개시 내용에 따라, 다음 실험이 수행되었다. 반응 혼합물이 외부 순환되는 수직 실린더로 구성된 순환 컬럼 반응기에서, 88.7%의 글리세린, 2%의 아세트산 및 9.3%의 물을 함유하는 글리세린 피드가 5.4 kg/h의 양으로 반응기 자체 상류의 외부 순환 부분 내로 공급되었다. 가스상 염화수소는 4.3 kg/h의 양으로 고전적인 분산 디바이스들을 통해 반응기 바닥 내로 직접적으로 공급되었다. 외부 순환 부분에는 반응기 하류의 진공 정류 컬럼이 삽입되고; 디클로로프로판올 생성물, 반응수 및 잔류 염화 수소의 혼합물이 증류물로서 9.3 kg/h의 양으로 수집되었다. 증류 잔류물은 반응기로 되돌려 펌핑되었다. 반응 혼합물의 잔류 밸런스는 또한 1.4 kg/h의 양으로 정류 컬럼 하류의 순환으로부터 수집되었고, 이는 디클로로프로판올 생성물 및 모노클로로프로판디올 반응 중간체를 회수하기 위해 증발기 내에서 진공 증류에 적용되었고, 이는 글리세린 피드와 함께 1.1 kg/h의 양으로 반응으로 되돌려졌다. 바람직하지 못한 생성물들의 혼합물을 함유하는 회수된 증류 잔류물은 탱크 내에 폐기물로서 수집되었다. 기본 파라미터들 및 결과들은 다음 표에 예시된다:

파라미터	
반응 온도	107 °C
반응기의 압력	101 kPa
글리세린의 변환	99.6%
1,3-디클로로-2-프로판올+2.3-디클로로-1-프로판올의 수율	90.9%

실시예 4

본 발명의 개시 내용에 따라, 다음 실험이 수행되었다. 반응 혼합물이 외부 순환되는 수직 실린더로 구성된 순환 컬럼 반응기에서, 84.9%의 글리세린, 2%의 아세트산, 4.7%의 물 및 8.4%의 비휘발성 화합물들을 함유하는 조 글리세린 피드가 5.5 kg/h의 양으로 반응기 자체 상류의 외부 순환 부분 내로 공급되었다. 가스상 염화수소는 4.5 kg/h의 양으로 고전적인 분산 디바이스들을 통해 반응기 바닥 내로 직접적으로 공급되었다. 외부 순환 부분에는 반응기 하류의 진공 정류 컬럼이 삽입되고; 디클로로프로판올 생성물, 반응수 및 잔류 염화 수소의 혼합물이 증류물로서 8.9 kg/h의 양으로 수집되었다. 증류 잔류물은 반응기로 되돌려 펌핑되었다. 반응 혼합물의 잔류 밸런스는 또한 2.0 kg/h의 양으로 정류 컬럼 하류의 순환으로부터 수집되었고, 이는 디클로로프로판올 생성물 및 모노클로로프로판디올 반응 중간체를 회수하기 위해 증발기 내에서

진공 증류에 적용되었고, 이는 글리세린 피드와 함께 1.0 kg/h의 양으로 반응으로 되돌려졌다. 바람직하지 못한 생성물들의 혼합물을 함유하는 회수된 증류 잔류물은 탱크 내에 폐기물로서 수집되었다. 기본 파라미터들 및 결과들은 다음 표에 예시된다:

파라미터	
반응 온도	103 °C
반응기의 압력	101 kPa
글리세린의 변환	99.5%
1,3-디클로로-2-프로판올+2,3-디클로로-1-프로판올의 수율	89.3%