



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I860085 B

(45)公告日：中華民國 113 (2024) 年 10 月 21 日

(21)申請案號：112135146

(22)申請日：中華民國 106 (2017) 年 07 月 24 日

(51)Int. Cl. : C07C17/275 (2006.01)

C07C19/01 (2006.01)

B01J19/18 (2006.01)

B01J19/00 (2006.01)

(30)優先權：2016/07/26 美國

62/366,674

(71)申請人：美商西方化學公司 (美國) OCCIDENTAL CHEMICAL CORPORATION (US)
美國(72)發明人：道金斯 約翰 DAWKINS, JOHN L. (US)；荷立斯 戴瑞爾 HOLLIS, DARRELL
(US)；克拉默 凱斯 KRAMER, KEITH S. (US)；卡得伍 布萊恩 CALDERWOOD,
BRIAN (US)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

TW 200936538A

CN 104549070A

US 2004/0171702A1

審查人員：陳俊志

申請專利範圍項數：4 項 圖式數：4 共 25 頁

(54)名稱

製造鹵化丙烷之方法

(57)摘要

一種製造氯化丙烷之方法，其係藉由使四氯化碳與乙烯在包括液態反應混合物和該反應混合物上方之頂部空間的槽型反應器內反應，其中在攪拌該反應混合物時，乙烯氣體從該液態反應混合物擴散至該頂部空間，其改良包含通過在攪拌該反應混合物之混合裝置內的導管轉移在該頂部空間內之乙烯回到該反應混合物。

A process of the type for producing chlorinated propanes by reacting carbon tetrachloride with ethylene within a tank reactor that includes a liquid reaction mixture and a headspace above the reaction mixture wherein ethylene gas diffuses from the liquid reaction mixture into the headspace while agitating the reaction mixture, the improvement comprising transferring ethylene within the headspace back into the reaction mixture through a conduit within the mixing device that agitates the reaction mixture.

指定代表圖：



69:磷酸三丁酯配位體

I860085

【發明摘要】

【中文發明名稱】

製造鹵化丙烷之方法

【英文發明名稱】

METHODS FOR PRODUCING HALOGENATED PROPANES

【中文】

一種製造氯化丙烷之方法，其係藉由使四氯化碳與乙烯在包括液態反應混合物和該反應混合物上方之頂部空間的槽型反應器內反應，其中在攪拌該反應混合物時，乙烯氣體從該液態反應混合物擴散至該頂部空間，其改良包含通過在攪拌該反應混合物之混合裝置內的導管轉移在該頂部空間內之乙烯回到該反應混合物。

【英文】

A process of the type for producing chlorinated propanes by reacting carbon tetrachloride with ethylene within a tank reactor that includes a liquid reaction mixture and a headspace above the reaction mixture wherein ethylene gas diffuses from the liquid reaction mixture into the headspace while agitating the reaction mixture, the improvement comprising transferring ethylene within the headspace back into the reaction mixture through a conduit within the mixing device that agitates the reaction mixture.

【指定代表圖】圖 1

【代表圖之符號簡單說明】

11:系統

21:鐵漿液混合槽

22,23:入口

24:混合元件

26:入口

31:四氯化碳

33:鐵粉

34:其他材料

35:漿液

41:導管迴路

43:泵

45:溫度控制器

46:背壓閥

47:閥

51:反應器

53,55,57:入口

58,59:出口

61:烯烴

62:流出物噴嘴

63:反應器流出物

65:觸媒回收流

66:流出物噴嘴之寬端

69:磷酸三丁酯配位體

【特徵化學式】無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

製造鹵化丙烷之方法

【英文發明名稱】

METHODS FOR PRODUCING HALOGENATED PROPANES

[0001] 本申請案主張在2016年7月26日提出申請之美國臨時申請案號62/366,674的權益，該申請案藉由引用被併入本案中。

【技術領域】

[0002] 本發明之具體例關於藉由使四氯化碳與烯烴反應所製備之鹵化丙烷的製造方法。

【先前技術】

[0003] 工業上重要的氫氟碳諸如那些作為冷凍劑及發泡劑者是從氫氯碳原料製備。例如，1,1,1,3,3-五氟丙烷(HFC-245fa)是廣被應用的氫氟碳，其根據美國專利6,313,360可從1,1,1,3,3-五氯丙烷(HCC-240fa)原料製備。

[0004] 根據美國專利6,313,360，該1,1,1,3,3-五氯丙烷可藉由使四氯化碳與氯乙烯在鐵觸媒和磷酸三丁酯之存在下反應而合成。將氯乙烯以液體或蒸氣形式饋入該反應器，且將金屬鐵(較佳是在四氯化碳內之漿液形式)添加入

該反應器。該反應器內容物從該反應器持續抽出(較佳經由沉積管)，以將未經轉化之金屬鐵保留在該反應器內。此程序藉由從該反應器內所產生之靜止區抽出該反應器流出物而強化。蒸餾該反應器流出物以回收觸媒且至終離析所要之1,1,1,3,3-五氯丙烷產物。美國專利公告2012/0310020提議：藉由蒸氣形式之氯乙烯經由浸入管或海綿型氣體擴散器饋入一個預先填充四氯化碳、磷酸三丁酯、和鐵粉之反應器中可減低在該反應器內之聚氯乙烯的形成。

[0005] 曾有目標要氫氟烯烴作為氫氟碳之替代物。例如，2,3,3,3-四氟丙烯(HFO-1234yf)已被建議在汽車空調中代替1,1,1,2-四氟乙烷(R-134a)作為冷凍劑。與該氫氟碳一樣，氯化有機物在氫氟烯烴之合成中扮演重要角色。例如，美國公告2009/0030247和2014/0256995教導：1,1,2,3-四氯丙烯(HCC-1230xa)對2,3,3,3-四氯丙烷(HFO-1234yf)之製造是有利的原料分子。

[0006] 美國公告2009/0216055教導：1,1,2,3-四氯丙烯(HCC-1230xa)可藉由脫氫氯化1,1,1,2,3-五氯丙烷製備，且該1,1,1,2,3-五氯丙烷可在單一反應器內藉由使1,1,1,3-四氯丙烷(HCC-250fb)與氯於路易斯酸存在下反應以製備。根據美國公告2004/0225166，1,1,1,3-四氯丙烷可藉由使四氯化碳與乙烯於金屬鐵、經溶解之鐵(II)、鐵(III)化合物、有機磷酸鹽輔觸媒存在下反應以合成。美國公告2004/0225166教導：攪動反應器(其中該四氯化碳與乙烯

被反應)以使該液態反應物與該金屬鐵之表面合適接觸，使該液態反應物與該蒸氣在該反應器頂部空間中合適接觸以致乙烯立即溶於該液體中，且使該反應混合物與熱傳表面合適接觸以藉此能合適控制溫度。

[0007] 因為1,1,1,3-四氯丙烷是重要的鹵化丙烷，仍想要改良在其製備中所利用之合成技術。

【發明內容】

[0008] 本發明之一或多個具體例提供一種製造氯化丙烷之方法，其係藉由使四氯化碳與乙烯在包括液態反應混合物和該反應混合物上方之頂部空間的槽型反應器內反應，其中在攪拌該反應混合物時，乙烯氣體從該液態反應混合物擴散至該頂部空間，其改良包含通過在攪拌該反應混合物之混合裝置內的導管轉移在該頂部空間內之乙烯回到該反應混合物。

[0009] 本發明之其他具體例提供一種製造氯化丙烷之方法，其係藉由在液態反應混合物內於不可溶或部分可溶之觸媒或觸媒先質的存在下使四氯化碳與烯烴反應，其改良包含將該觸媒或觸媒先質填入在經連續攪拌之漿液內的反應混合物。

[0010] 本發明之另外的其他具體例提供一種製造氯化丙烷之方法，其係藉由在槽型反應器內的被連續攪拌之液態反應混合物內於不可溶或部分可溶之觸媒或觸媒先質的存在下使四氯化碳與烯烴反應，其改良包含將該氯化丙

烷產物從該槽型反應器之該反應器內的靜止區移除。

[0011] 本發明之另外的其他具體例提供一種藉由蒸餾技術純化包括鐵和隨意之鐵化合物的粗製氯化丙烷流之方法，其改良包含在再沸器內加熱該粗製產物流，其中該再沸器係在抑制在蒸餾塔和該再沸器內之沉積物的反應和形成的條件下操作。

【圖式簡單說明】

[0012] 圖1是根據本發明之具體例之製備氯化丙烷的系統的概略視圖，其包括漿液迴路。

[0013] 圖2是在本發明之一或多個具體例之實施中所用之另外反應器的剖面視圖。

[0014] 圖3是實質上沿著圖2之3-3線所取得之剖面視圖。

[0015] 圖4是根據本發明之具體例之純化粗製氯化丙烷流的系統的概略視圖。

【實施方式】

[0016] 本發明之具體例至少部分是基於製造氯化丙烷之方法的發現。根據一或多個具體例，在利用抽吸型攪拌器混合的反應器內使四氯化碳與乙烯反應。因此，雖然該先前技藝提議需要混合該液態內容物(亦即四氯化碳)以在四氯化碳與乙烯(其是在氣相中)之間提供合適接觸，現在考慮：反應效率可藉由將位於該反應器之頂部空間內的

乙烯通過抽西行攪拌器之使用轉移至反應區(亦即該液相)而實現。

[0017] 根據其他具體例，氯化丙烷係藉由使四氯化碳與烯烴(例如乙烯)在以鐵為底質之觸媒存在下反應而製備。鐵從在循環迴路內操作之連續攪拌型漿液槽填入該反應器。因此，雖然該先前技藝提議輸送漿液內之鐵金屬與四氯化碳的需要，現在預期：生產效率可藉由改良漿液內之鐵金屬的輸送而實現。另外，此動力循環迴路提供輸送其他材料諸如其他催化材料或配位體至該反應器的能力。

[0018] 根據其他具體例，氯化丙烷係藉由使四氯化碳與烯烴(例如乙烯)在以鐵為底質之觸媒存在下反應而製備，且該氯化丙烷係經由圓錐形流出物噴嘴從該反應區移除，該噴嘴係從該反應器內所產生之靜止區拉出。在一或多個具體例中，在使氣態反應物上升至該反應器之頂部空間時，該靜止區被配置以使液體流速最小化且因此使鐵沉澱最大化。因此，雖然該先前技藝提議與從靜止區抽出反應器流體相關之優點，現在預期：特定反應器設計能提升方法效率。

[0019] 另外，本發明之具體例係關於純化技術，其中氯化丙烷(例如1,1,1,3-四氯丙烷)是藉由使用一種加熱強制循環型再沸器內之該液態混合物的蒸餾技術，從較重化合物(包括催化材料，例如鐵物質)分離出。維持流速和熱通量以防止該蒸餾系統內之結垢。確實，已發現：該蒸餾系統內之局部化的熱點將觸媒殘留物烘乾黏在該系統之表

面上。因此，雖然該先前技藝建議蒸餾技術以純化氯化丙烷，現在認為：特定蒸餾系統能提升方法效率。

方法概要

[0020] 如以上提議的，本發明之方法通常關於藉由使四氯化碳與烯烴反應以製備氯化烴。這些反應在該技藝中通常是已知的，且因此美國專利 6,313,360 及美國公告 2004/0225166 和 2009/0216055 藉由引用被併入本發明。雖然用於這些反應之常見烯烴包括乙烯和氯乙烯，本發明之具體例的實施不必須受限於充作反應物的該烯烴。如技術人員了解的，乙烯是氣態烯烴，且因此本發明之具體例可提供不同的優點，其中乙烯係充作反應物。其他具體例可以是特別有益的，其中氯乙烯係充作反應物。無論如何，以下具體例可引用特別的烯烴(例如乙烯)來描述，雖然該技術人員將理解：其他烯烴同樣也能被使用。並且，四氯化碳與烯烴之反應可藉由使用多種催化物質催化，該等催化物質很多是不可溶或僅部分溶於該反應介質中的物質或由該等物質衍生者。常見之觸媒或觸媒先質是鐵，且因此本發明之具體例可引用鐵來描述，但技術人員將理解：本發明之具體例同樣也能延伸至其他不可溶或部分可溶之觸媒或觸媒先質。另外，技術人員理解：這些不可溶或部分可溶之觸媒可以與據相信會補全該觸媒之輔觸媒或配位體聯合使用；例如磷酸三丁酯曾與鐵觸媒聯合使用。因此，雖然本發明之具體例可引用磷酸三丁酯作為與鐵聯合使用

之輔觸媒或配位體來描述，技術人員將理解：本發明能被延伸至其他輔觸媒或配位體之使用。

[0021] 本發明之一或多種方法可引用圖1來描述。如顯示的，系統11包括鐵漿液混合槽21，其透過導管迴路41與反應器51(其可被稱為附加反應器51)流體聯通。漿液槽21通過入口22接收四氯化碳31且通過入口23接收鐵粉33。漿液槽21也可通過入口26隨意地接收其他材料34諸如另外之溶劑、觸媒、觸媒配位體、或在該方法之下游取得之循環流。在一或多個具體例中，四氯化碳31可連續地被饋入，或在其他具體例中，彼可週期地被注入，這些皆通過入口22進入漿液槽21。同樣地，鐵粉33也可週期地被添加至漿液槽21中，或在其他具體例中，鐵粉33可藉由利用連續送料設備連續地被填入漿液槽21。例如，鐵粉33可藉由利用無塵桶型傾卸設備被填入漿液槽21。

[0022] 四氯化碳31和鐵粉33之漿液35藉由利用一或多個混合元件24(其可以包括攪拌裝置或擋板)在漿液槽21內攪拌混合物而形成。混合元件24可用實質分散該觸媒(例如鐵)在該氯化烴液體(例如四氯化碳)內的方式被操作；在特別具體例中，攪拌係足以在該四氯化碳內獲得實質均勻之該觸媒濃度。

[0023] 漿液35係利用一或多個在反應器51上游的泵43連續地抽送通過導管迴路41，該等泵也可有利地維持在迴路41內的壓力。透過背壓閥(back-pressure valve)46的輔助也可在迴路41內維持合適壓力，該背壓閥46是在迴路41

輸送漿液35至反應器51的下游(亦即迴路41內之閥47的下游)。移動通過迴路41之漿液35可藉由加熱或冷卻元件45被加熱或冷卻。諸如上述者之其他材料34也可隨意地被注入迴路41。在一或多個具體例中，在漿液35內之多種成分的混合可藉由一或多個線中(in-line)混合器(未顯示)強化。循環迴路41也包括閥47，其當處於打開位置時，使漿液35饋至反應器51。當閥47處於其關閉位置時，漿液35循環通過迴路41回到混合槽21。閥47可包括能藉由訊號流感應器或類似裝置所控制之控制閥或螺線管閥。

[0024] 反應器51從迴路41經由入口53接收漿液35。反應器51也經由入口55接收烯烴61(諸如乙烯)。另外，且正如以下更詳細說明的，反應器51也可隨意地經由另外之入口57接收其他材料輸入物34(諸如上述者)。反應器流出物63在出口59離開反應器51。揮發物可通過出口58離開。

[0025] 在一或多個具體例中，進入反應器51之漿液35的流動(該流動至少部分地藉由閥47被調節)能與進入反應器51之該烯烴61進料速率成正比。

[0026] 在一或多個具體例中，迴路41被維持在比反應器51內之壓力大的壓力下；在特別具體例中，當考慮潛在之重力輔助時，在迴路41內之壓力足以(在閥47打開時)產生進入反應器51之流動。如技術人員理解的，在閥47藉由背壓閥46提供進入反應器51之流動時，在迴路41內可維持充足壓力。閥46可包括能藉由訊號流感應器或類似裝置所控制之控制閥或螺線管閥。在一或多個具體例中，溫度

控制器(例如元件45)提供冷卻以維持漿液35之溫度低於該氯化烴的沸點(例如對四氯化碳為低於77°C)。在特別具體例中，該迴路溫度被維持在約0至約80°C，在其他具體例中約5至約60°C，且在其他具體例中約10至約40°C。

[0027] 在一或多個具體例中，在漿液35內之鐵粉33的濃度可表示成液體內之固體重量的百分比。在一或多個具體例中，在漿液35內之鐵粉固體的百分比可以是約0.02至約5.0 wt%，在其他具體例中是約0.03至1.0 wt%，且在其他具體例中是約0.05至約0.2 wt%。

附加的反應器

[0028] 如以上指明的，使四氯化碳與烯烴(諸如乙烯)在催化物質(諸如鐵粉或其衍生物)反應以在反應器51內製造氯化丙烷。特別地，使四氯化碳與乙烯反應以製造1,1,1,3-四氯丙烷。就此而論，美國公告2004/0225166和2009/0216055藉由引用被併入本發明。

[0029] 反應器51可引用圖2被進一步描述，該圖2顯示漿液35在入口53進入反應器51，並且烯烴61(例如乙烯)在入口55進入，且其他隨意材料(諸如磷酸三丁酯配位體69和觸媒回收流65)經由入口57進入。該反應器之內容物形成液體水平67(其是在通氣時之該液體水平)，且技術人員將理解：該液體水平在靜止時(亦即未通氣)會是較低的。反應器51通常可包括在此技藝中已知類型的槽型反應器(例如CSTR)。

[0030] 在一或多個具體例中，漿液35、烯烴61、和其他材料69、65係藉由在反應器51內之液體水平67下方注入該等材料而填充。如技術人員會理解的，此填充可藉由使用浸漬管以及多種噴嘴或擴散裝置來進行。在特別具體例中，烯烴61在接近反應器51之底端71的位置上注入。在還更特別之具體例中，烯烴61在混合裝置75之混合元件73或其附近被注入。在一或多個具體例中，該反應物或觸媒之一或多者可在液體水平67上方(亦即該反應器頂部空間內)被注入；有利地，因為抽吸型攪拌器最終輸送該氣態材料至該反應區，該抽吸型攪拌器之使用能將氣態材料導入該頂部空間。如以上指明的，反應器流出物63經由出口59離開反應器51。

[0031] 在一或多個具體例中，攪拌裝置75包括導管，其在頂部空間68與該液體水平67下方之液態混合物(亦即漿液35)之間提供氣體連通。結果，可使該頂部空間內之揮發性化合物(尤其是乙烯)返回到液態混合物64以促進所要的反應。在一或多個具體例，攪拌裝置75是抽吸型攪拌器。如技術人員理解的，這些攪拌器將氣態材料(例如乙烯)從該頂部空間引出且將該氣態材料再次導入該反應區(亦即進入液態混合物64)。在一或多個具體例中，攪拌裝置75係在至少10千瓦每立方公尺(kW/m^3)之功率對體積比率下操作，在其他具體例中至少30 kW/m^3 ，且在其他具體例中至少50 kW/m^3 ，且在其他具體例中約10至約100 kW/m^3 。

[0032] 如在圖2以及圖3中也顯示的，反應器51包括一或多個攪拌擋板81、83、85、和87。這些個別的攪拌擋板(81、83、85、87)分別附加至該反應器壁(或該反應器之頂部或底部)。攪拌擋板之尺寸和形狀在此技藝中是已知的。如圖2中最佳顯示的，反應器51係配備靜止區擋板91。靜止區擋板91包括分別附加至反應器51之周圍壁52的相反壁93、97。靜止區擋板91也包括連接相反壁93、97之互連壁95以藉此形成靜止區92。靜止區擋板91部分延伸穿過壁52之高度54以提供在反應器51之底部71附近的擋板間隙99(在圖2最佳顯示的)。換言之，靜止區擋板91具有一高度，該高度在其上端96延伸在液體水平線67的上方，且在其下端94不接觸反應器51之底部71，以提供液體能流通之間隙99。靜止區擋板91被定位在反應器51內以包圍出口59。結果，反應器流出物63必須經由擋板間隙99進入藉由靜止區擋板91所形成之靜止區92以離開出口59。

[0033] 由於此組態，靜止區擋板91遮蔽出口59以免於攪拌裝置75所造成之直接攪拌。氣泡(諸如液態介質64內之乙烯)因此具有未受限之路徑以提升離開靜止區92進入該反應器之頂部空間68。同樣地，當該反應器之內容物進入擋板間隙99且離開出口59時，影響靜止區92之靜止區擋板91的組態提供低的液體流速。此低的速度促進鐵粉沉澱。如技術人員會理解的，藉由抑制鐵粉離開反應器51，可使該鐵粉在該反應器內循環，以致鐵粉可藉由在該反應器內與一或多種成分反應或交互作用而被轉化成可溶物

質。因此，利用未受限之路徑給氣態材料離開靜止區92且利用該降低之流速以促進鐵粉沉澱，通過出口59離開反應器51之氣態反應物(例如乙烯)及鐵粉的量被最少化。在這些或其他具體例中，出口59係配備圓錐形流出物噴嘴62，其中寬端66被附加至反應器壁52。此組態進一步抑制在流出物63內之氣體夾帶。並且設計出口59與該反應器之高度相對的高度以避免在該反應器底部所存在之大量的或可觀的亂流。技術人員將理解：出口59仍然被相對低地定位在該反應器內以視需要提供清空該反應器內容物的能力。

[0034] 在一或多個具體例中，行經擋板間隙99之液態介質64的速度低於0.0015，在其他具體例中低於0.0009，且在其他具體例中低於0.0006 m/s。

蒸餾/純化

[0035] 離開反應器51之反應器流出物63包括所要之氯化丙烷產物(例如1,1,1,3-四氯丙烷)與未反應之反應物(例如四氯化碳和乙烯)、反應副產物、及觸媒和觸媒殘餘物。反應器流出物63因此可被稱為粗製氯化烴流(例如1,1,1,3-四氯丙烷粗製物)。此粗製物後續藉由利用一或多種蒸餾技術純化以獲得純化的氯化丙烷流(例如純化的1,1,1,3-四氯丙烷)。

[0036] 一或多個具體例之純化方法可引用圖4來描述，該圖4顯示包括蒸餾塔103和再沸器123之純化系統101。如在此技藝中普遍已知的，塔103包括底部區

103A(其中液體形式之塔底部物106收集且形成液體水平106A)、填充區103B(其中放置填充材料及/或盤)、及頂部空間103C(氣體通過此處離開塔103)。

[0037] 在一或多個具體例中，再沸器123(也可稱為強制再循環型再沸器123)可包括單程或多程再沸器。在特別具體例中，如下文中將描述的，加熱流體或介質通過再沸器123在外殼面行進。本發明之實施不受限於所用之加熱流體的類型且可包括例如蒸氣。

[0038] 蒸餾塔103與再沸器123經由再沸器迴路111流體連通。粗製物63在液體水平106A上或附近的底部103A進入塔103，其中粗製物63便在蒸餾塔103之底部被包括於塔底部物106中。塔底部物106(其包括該標的物氯化丙烷)從出口105進入迴路111。流過迴路111之塔底部物106的速度藉由例如泵115來調節。在一或多個具體例中，將流過迴路111之塔底部物的速度維持在足以降低再沸器123內之管壁溫度且因此抑制再沸器123內之沉積物的反應及/或形成的速率下。塔底部物106在入口125進入再沸器123且在再沸器123內之管面循環。在一或多個具體例中，通過再沸器123之塔底部物106的速度是至少1，在其他具體例中是至少3，且在其他具體例中是至少5 m/s。在這些或其他具體例中，通過再沸器123之塔底部物106的速度是約1至約20，在其他具體例中是約2至約12，且在其他具體例中是約3至約9 m/s。

[0039] 如以上提議的，塔底部物106通過再沸器123

在管面行進，在再沸器123中塔底部物106受熱，該熱係從經由塔底部之入口126的外殼面所導入的加熱流體流127(例如蒸氣)傳送。在一或多個具體例中，橫越再沸器123內之管的熱通量是低於44，在其他具體例中低於33，且在其他具體例中低於22 kW/m²。在這些或其他具體例中，橫越再沸器123內之管的熱通量是約5至約44，在其他具體例中是約7至約33，且在其他具體例中是約10至約22 kW/m²。

[0040] 塔底部物106在出口129以經加熱之液體形式離開再沸器，且在定位於填充區103B下方之入口107被注入塔103；且在特別具體例中，塔底部物106在液體水平106A或其附近進入。將透過出口129離開再沸器123的塔底部物106加熱至一種彼將因進入塔103時所經歷之壓力差而閃蒸(亦即沸騰)的程度。並且，如藉由圖4所提示的，可將再沸器123定位在比該蒸餾塔103之底部相對低之高度上以藉此提供足夠的靜水壓力且藉此防止再沸器123內之塔底部物過早沸騰。因此，流體速度、再沸器123內之熱通量、及迴路111內所維持之壓力的結合用來抑制沉積物之反應及/或形成在該管壁上或在蒸餾塔103內。

[0041] 如技術人員將理解的，所要之氯化烴將以蒸氣流132形式透過蒸餾塔103之蒸氣出口109離開蒸餾塔103。在使較輕材料(以及不可冷凝之材料)以輕端(light-end)流140離開時，蒸氣流132後續可規劃經過冷凝器136，而使所要之氯化烴138(例如1,1,1,3-四氯丙烷)冷凝，

其也可被稱為冷凝物流138。可將一部分之冷凝物流138規劃經由分布器(未顯示)回到塔103且進入頂部空間103C以使該填充物迴流。可收集其餘的冷凝物138以作為所要產物。根據所要之純化程度，冷凝物流138之進一步蒸餾和純化可在下游的處理中完成。

[0042] 沒有偏離本發明之範圍和精神之多種改良型和替代型會對此技藝之技術人員變為明顯。本發明不欲正式地受限於本文所列之說明性具體例。

【符號說明】

[0043]

11:系統

21:鐵漿液混合槽

22,23:入口

24:混合元件

31:四氯化碳

33:鐵粉

34:其他材料

35:漿液

41:導管迴路

43:泵

45:溫度控制器

46:背壓閥

47:閥

51:反應器
52:周圍壁
53,55,57:入口
58,59:出口
61:烯烴
62:流出物噴嘴
63:反應器流出物
64:液態混合物
65:觸媒回收流
66:流出物噴嘴之寬端
67:液體水平(線)
69:磷酸三丁酯配位體
71:底部
73:混合元件
75:混合(攪拌)裝置
81,83,85,87:攪拌擋板
91:靜止區擋板
92:靜止區
93,97:相反壁
95:互連壁
99:擋板間隙
101:純化系統
103:蒸餾塔
103A:底部區

103B:填充區

103C:頂部空間

105:出口

106:塔底部物

106A:液體水平

107:入口

111:再沸器迴路

115:泵

123:再沸器

126:入口

127:加熱流體流

129:出口

132:蒸氣流

136:冷凝器

138:氯化烴(冷凝物流)

140:輕端流

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種製備氯化丙烷之方法，該方法包含：

(1)在槽型反應器內的被連續攪拌之液態反應混合物內於不可溶或部分可溶之觸媒或觸媒先質的存在下使四氯化碳與烯烴反應；和

(2)從該槽型反應器之該槽型反應器內的靜止區移除氯化丙烷產物，其中該靜止區係藉由靜止區擋板形成，其中該靜止區擋板係藉由三個內壁及該槽型反應器之壁界定，該三個內壁包括附加至該槽型反應器之該壁的一對相反壁和連接該對相反壁之互連壁。

【請求項2】如請求項1之方法，其中該靜止區擋板包括接近該槽型反應器底部之開口以藉此使該反應混合物進入該靜止區。

【請求項3】如請求項1之方法，其中該觸媒或觸媒先質係鐵粉。

【請求項4】一種製備氯化丙烷之方法，該方法包含：

(1)在槽型反應器內的被連續攪拌之液態反應混合物內於不可溶或部分可溶之觸媒或觸媒先質的存在下使四氯化碳與烯烴反應；和

(2)從該槽型反應器之該槽型反應器內的靜止區移除氯化丙烷產物，其中該靜止區係藉由靜止區擋板形成，

其中該液態反應混合物係通過圓錐形流出物噴嘴從該

槽型反應器移除。

【發明圖式】

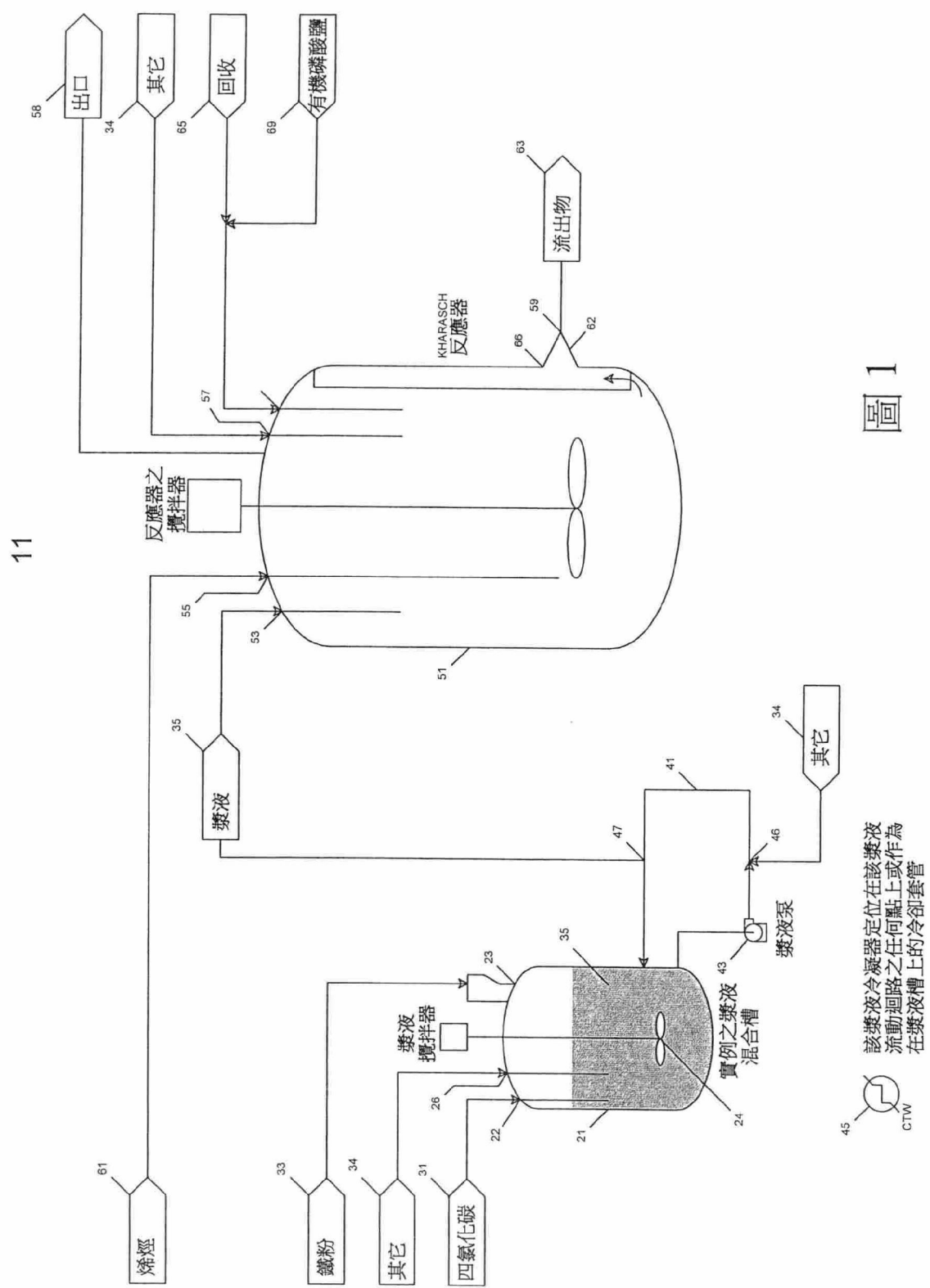


圖 1

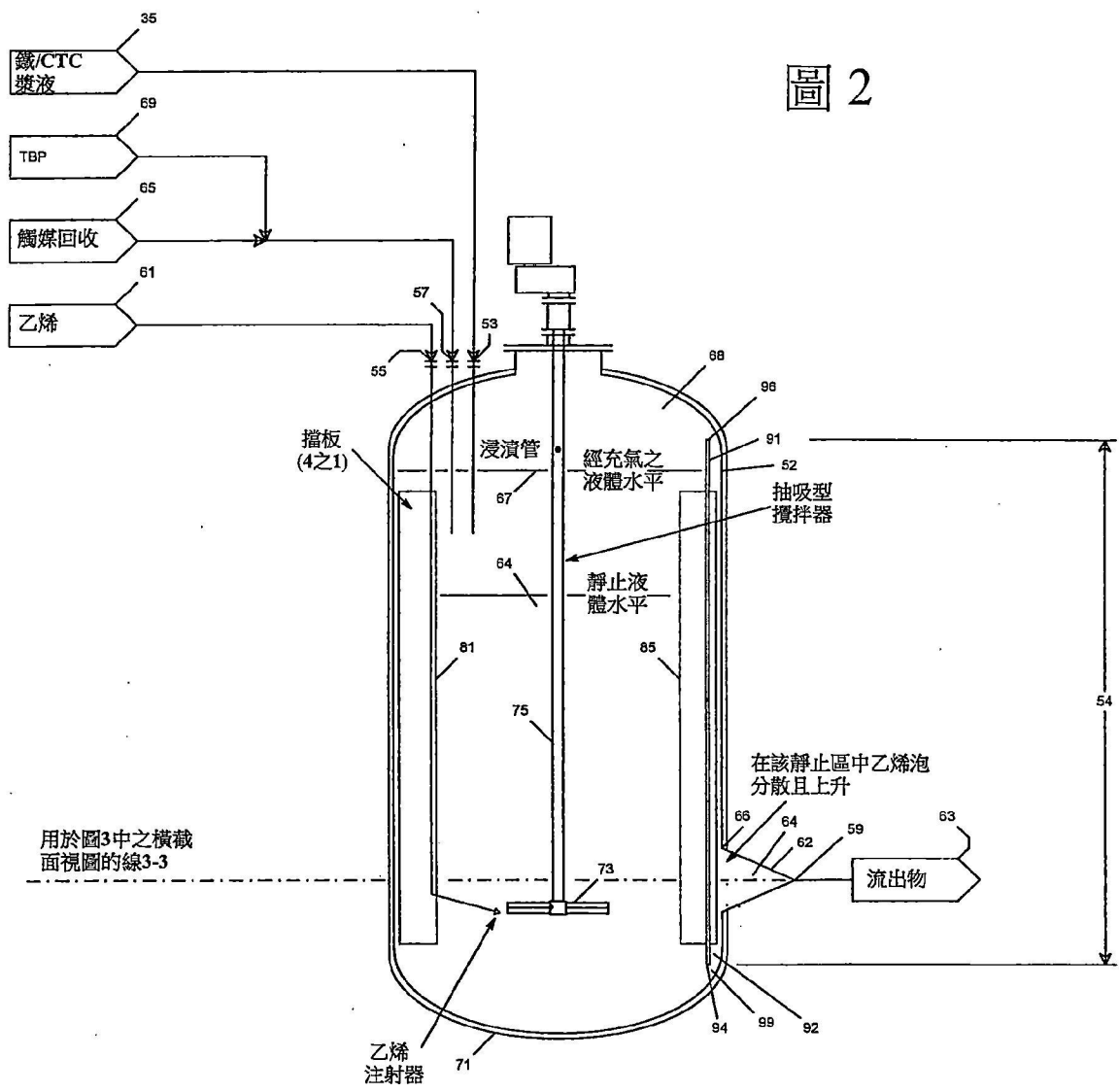


圖 2

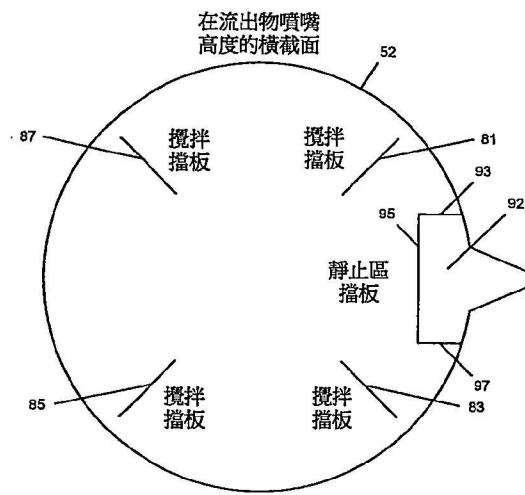


圖 3

圖 4

