



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 849 561**

⑮ Int. Cl.:

**C07C 17/275** (2006.01)

**C07C 17/383** (2006.01)

**C07C 19/01** (2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑥ Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.07.2017 PCT/US2017/043469**

⑦ Fecha y número de publicación internacional: **01.02.2018 WO18022488**

⑨ Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.07.2017 E 17761938 (4)**

⑩ Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.11.2020 EP 3490965**

---

④ Título: **Métodos para la producción de propanos halogenados**

⑩ Prioridad:

**26.07.2016 US 201662366674 P**

⑤ Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**19.08.2021**

⑦ Titular/es:

**OCCIDENTAL CHEMICAL CORPORATION (100.0%)  
14555 N. Dallas Parkway  
Dallas, Texas 75254, US**

⑦ Inventor/es:

**DAWKINS, JOHN L.;  
HOLLIS, DARRELL;  
KRAMER, KEITH S. y  
CALDERWOOD, BRIAN**

⑦ Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 849 561 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

Métodos para la producción de propanos halogenados

### Campo de la invención

Las realizaciones de la presente invención están dirigidas a métodos para la producción de propanos clorados 5 preparados haciendo reaccionar tetracloruro de carbono con etileno.

### Antecedentes de la invención

Los hidrofluorocarburos de importancia industrial, tales como los que se utilizan como refrigerantes y agentes espumantes, se preparan a partir de materias primas de hidroclorocarburos. Por ejemplo, el 1,1,1,3,3-pentafluoropropano (HFC-245fa) es un hidrofluorocarburo ampliamente empleado que, de acuerdo con la Patente de EE.UU. No. 6.313.360, 10 se puede preparar a partir de una materia prima de 1,1,1,3,3-pentacloropropano (HCC-240fa).

De acuerdo con la Patente de EE.UU. Nº 6.313.360, el 1,1,1,3,3-pentacloropropano se puede sintetizar haciendo 15 reaccionar tetracloruro de carbono con cloruro de vinilo en presencia de un catalizador de hierro y tributilfosfato. El cloruro de vinilo se alimenta al reactor en forma de líquido o vapor, y se añade al reactor hierro metálico, preferiblemente en forma de una suspensión dentro del tetracloruro de carbono. El contenido del reactor se extrae continuamente del reactor, preferiblemente a través de un tubo de sedimentación, con el fin de mantener el hierro metálico sin convertir dentro del reactor. Este proceso se mejora extrayendo el efluente del reactor de una zona inactiva creada dentro del reactor. El efluente del reactor se destila para recuperar el catalizador y finalmente aislar el producto de 1,1,1,3,3- 20 pentacloropropano deseado. La Publicación de EE.UU. Nº 2012/0310020 sugiere que la formación de cloruro de polivinilo dentro del reactor se puede reducir alimentando el cloruro de vinilo como vapor a través de un tubo de inmersión o un difusor de gas de tipo esponja en un reactor previamente cargado con tetracloruro de carbono, tributilfosfato y polvo de hierro.

Se han seleccionado hidrofluorolefinas como sustitutos de los hidrofluorocarburos. Por ejemplo, se ha propuesto 25 2,3,3,3-tetrafluoropropeno (HFO-1234yf) como un reemplazo del 1,1,1,2-tetrafluoroetano (R-134a) como refrigerante en acondicionadores de aire de automóviles. Como ocurre con los hidrofluorocarburos, los orgánicos clorados juegan un papel importante en la síntesis de hidrofluorolefinas. Por ejemplo, la Publicación de EE.UU. Nº 2009/0030247 y 2014/0256995 enseñan que el 1,1,2,3-tetracloropropeno (HCC-1230xa) es una molécula de partida ventajosa para la producción de 2,3,3,3-tetrafluoropropano (HFO-1234yf).

La Publicación de EE.UU. Nº 2009/0216055 enseña que el 1,1,2,3-tetracloropropeno (HCC-1230xa) se puede preparar 30 deshidroclorando 1,1,1,2,3-pentacloropropano, y que el 1,1,1,2,3-pentacloropropano se puede preparar dentro de un solo reactor haciendo reaccionar 1,1,1,3-tetracloropropano (HCC-250fb) con cloro en presencia de un ácido de Lewis. De acuerdo con la Publicación de EE.UU. Nº 2004/0225166, se puede sintetizar 1,1,1,3-tetracloropropano haciendo 35 reaccionar tetracloruro de carbono con etileno en presencia de hierro metálico, hierro disuelto (II), compuestos (III) de hierro y un cocatalizador de organofosfato. La Publicación de EE.UU. Nº 2004/0225166 enseña que el reactor en el que reaccionan el tetracloruro de carbono y el etileno se agita para proporcionar un contacto adecuado de los reactivos líquidos con la superficie del hierro metálico, para proporcionar un contacto adecuado de los reactivos líquidos con el vapor en el espacio de cabezal del reactor de modo que el etileno se disuelva fácilmente en el líquido y para proporcionar un contacto adecuado de la mezcla de reacción con las superficies de transferencia de calor para permitir de este modo un control de temperatura adecuado.

Debido a que el 1,1,1,3-tetracloropropano es un propano halogenado importante, persiste el deseo de mejorar las 40 técnicas sintéticas empleadas en su preparación.

Los documentos US 8.912.372 B2 y EP 0 131 560 A1 describen procesos para la preparación de propano clorado a partir del tetracloruro de carbono con una olefina.

### Compendio de la invención

La presente invención proporcionan un proceso para producir propanos clorados haciendo reaccionar tetracloruro de 45 carbono con etileno dentro de un reactor de depósito que incluye una mezcla de reacción líquida y un espacio de cabezal por encima de la mezcla de reacción en el que el gas etileno se difunde desde la mezcla de reacción líquida en el espacio de cabezal mientras que agita la mezcla de reacción, comprendiendo el proceso la transferencia de etileno dentro del espacio de cabezal de vuelta a la mezcla de reacción a través de un conducto dentro del dispositivo de mezclado que agita la mezcla de reacción.

50 Otras realizaciones se describen en las reivindicaciones dependientes.

### Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es una vista esquemática de un sistema para la preparación de propanos clorados de acuerdo con realizaciones de la invención que incluyen un circuito cerrado de suspensión.

La Fig. 2 es una vista en sección de un reactor de adición empleado en la práctica de una o más realizaciones de la invención.

La Fig. 3 es una vista en sección tomada sustancialmente a lo largo de la línea 3-3 de la Fig. 2.

La Fig. 4 es una vista esquemática de un sistema para purificar una corriente de crudo de propanos clorados de acuerdo 5 con realizaciones de la presente invención.

#### Descripción detallada de las realizaciones ilustrativas

Las realizaciones de la invención se basan, al menos en parte, en el descubrimiento de un método para producir 10 propanos clorados. De acuerdo con una o más realizaciones, el tetracloruro de carbono se hace reaccionar con etileno dentro de un reactor que se mezcla con un agitador de aspiración. Por lo tanto, aunque la técnica anterior sugiere la necesidad de mezclar el contenido líquido (es decir, tetracloruro de carbono) con el fin de proporcionar un contacto adecuado entre el tetracloruro de carbono y el etileno, que está en fase de vapor, ahora se contempla que las eficiencias de reacción se pueden obtener transfiriendo etileno ubicado dentro del espacio de cabezal del reactor a una zona de reacción (es decir, a la fase líquida) mediante de la utilización de un agitador de aspiración.

#### VISTA GENERAL DEL PROCESO

15 Como se sugirió anteriormente, los procesos de la invención generalmente se refieren a la preparación de hidrocarburos clorados haciendo reaccionar tetracloruro de carbono con etileno. Estas reacciones son generalmente conocidas en la técnica y, se describen en la patente de EE.UU. nº 6.313.360 y las Publicaciones de EE.UU. Nº 2004/0225166 y 2009/0216055. Como apreciará el experto en la técnica, el etileno es una olefina gaseosa y, por lo tanto, las realizaciones de la invención pueden proporcionar distintas ventajas cuando se emplea etileno como reactivo. También, 20 la reacción entre tetracloruro de carbono y una olefina se puede catalizar utilizando una variedad de especies catalíticas, muchas de las cuales son o se derivan de especies que son insolubles o solo parcialmente solubles en el medio de reacción. Un catalizador o precursor de catalizador común es el hierro y, por lo tanto, las realizaciones de la invención se pueden describir con referencia al hierro, pero el experto apreciará que las realizaciones de la invención también se pueden extender a otros catalizadores o precursores de catalizadores insolubles o parcialmente solubles. 25 Adicionalmente, el experto en la técnica apreciará que estos catalizadores insolubles o parcialmente solubles se pueden utilizar junto con cocatalizadores o ligandos, que se cree que complementan el catalizador; por ejemplo, se ha utilizado tributilfosfato junto con un catalizador de hierro. Por lo tanto, aunque las realizaciones de la invención se pueden describir con referencia al tributilfosfato como cocatalizador o ligando utilizado junto con hierro, el experto apreciará que la invención se puede extender a la utilización de otros cocatalizadores o ligandos.

30 Se pueden describir uno o más procesos de la presente invención con referencia a la Fig. 1. Como se muestra, el sistema 11 incluye un depósito 21 de mezcla de suspensión de hierro, que está en comunicación fluida con el reactor 51 (que se puede denominar reactor 51 de adición) a través de un circuito cerrado 41 de conducto. El depósito 21 de suspensión recibe tetracloruro de carbono 31 a través de la entrada 22 y polvo de hierro 33 a través de la entrada 23. El depósito 21 de suspensión también puede recibir opcionalmente otros materiales 34, tales como solventes, 35 catalizadores, ligandos de catalizador adicionales o corrientes de reciclo capturadas aguas abajo en el proceso, a través de la entrada 26. En una o más realizaciones, el tetracloruro de carbono 31 se puede alimentar continuamente, o en otras realizaciones se puede inyectar periódicamente, en el depósito 21 de suspensión a través de la entrada 22. Asimismo, el polvo de hierro 33 se puede añadir periódicamente al depósito 21 de suspensión, o en otras realizaciones, 40 el polvo de hierro 33 se puede cargar continuamente en el depósito 21 de suspensión empleando un aparato de alimentación continua. Por ejemplo, el polvo de hierro 33 se puede cargar en el depósito 21 de suspensión empleando un cubo basculante sin polvo.

45 Se forma una suspensión 35 de tetracloruro de carbono 31 y polvo de hierro 33 agitando la mezcla dentro del depósito 21 de suspensión a través de uno o más elementos 24 de mezclado, que pueden incluir dispositivos de agitación o deflectores. Los elementos 24 de mezclado se pueden operar de una manera para dispersar sustancialmente el catalizador (p. ej., hierro) dentro del hidrocarburo líquido clorado (p. ej., tetracloruro de carbono); en realizaciones particulares, la agitación es suficiente para lograr una concentración sustancialmente homogénea del catalizador dentro del tetracloruro de carbono.

50 La suspensión 35 se hace circular continuamente a través de un circuito cerrado 41 de conducto a través de una o más bombas 43 que están aguas arriba del reactor 51, bombas que también pueden mantener ventajosamente la presión dentro del circuito cerrado 41. También se puede mantener una presión adecuada dentro del circuito cerrado 41 mediante la ayuda de una válvula 46 de contrapresión, que está aguas abajo de donde el circuito cerrado 41 entrega la suspensión 35 al reactor 51 (es decir, aguas abajo de la válvula 47 dentro del circuito cerrado 41). La suspensión 35 que se mueve a través del circuito cerrado 41 se puede calentar o enfriar mediante elementos 45 de calentamiento o refrigeración. Otros materiales 34, tales como los descritos anteriormente, también se pueden inyectar opcionalmente en el circuito cerrado 41. En una o más realizaciones, el mezclado de los diferentes constituyentes dentro de la suspensión 55 35 se puede mejorar mediante uno o más mezcladores en línea, que no se muestran. El circuito cerrado 41 de circulación también incluye la válvula 47 que, cuando está en la posición abierta, permite que la suspensión 35 alimente el reactor 51. Cuando la válvula 47 está en su posición cerrada, la suspensión 35 circula a través del circuito cerrado 41

de regreso al depósito 21 de mezcla. La válvula 47 puede incluir una válvula de control o una válvula solenoide que puede ser controlada mediante un sensor de flujo de señal o un dispositivo similar.

El reactor 51 recibe la suspensión 35 del circuito cerrado 41 a través de la entrada 53. El reactor 51 también recibe la olefina 61 (tal como etileno) a través de la entrada 55. Adicionalmente, y como se explicará con mayor detalle a continuación, el reactor 51 también puede recibir opcionalmente otras entradas 34 de material, tales como las descritas anteriormente, a través de una entrada 57 adicional. El efluente 63 de reactor sale del reactor 51 por la salida 59. Los volátiles se pueden ventilar a través de la salida 58.

En una o más realizaciones, el flujo de suspensión 35 al reactor 51, cuyo flujo está regulado al menos parcialmente por la válvula 47, puede ser proporcional a la velocidad de alimentación de la olefina 61 al reactor 51.

En una o más realizaciones, el circuito cerrado 41 se mantiene a una presión que es mayor que la presión dentro del reactor 51; en realizaciones particulares, la presión dentro del circuito cerrado 41 es suficiente para crear un flujo al reactor 51 (cuando la válvula 47 está abierta) mientras se tiene en cuenta la ayuda gravitacional potencial. Como apreciará el experto, se puede mantener suficiente presión dentro del circuito cerrado 41 mientras que la válvula 47 proporciona flujo al reactor 51 mediante la válvula 46 de contrapresión. La válvula 46 puede incluir una válvula de control o una válvula solenoide que se puede controlar mediante un sensor de flujo de señal o un dispositivo similar. En una o más realizaciones, los controles de temperatura (p. ej., el elemento 45) proporcionan refrigeración para mantener la temperatura de la suspensión 35 por debajo del punto de ebullición del hidrocarburo clorado (p. ej., por debajo de 77 °C para el tetracloruro de carbono). En realizaciones particulares, la temperatura del circuito cerrado se mantiene desde aproximadamente 0 a aproximadamente 80 °C, en otras realizaciones desde aproximadamente 5 a aproximadamente 60 °C, y en otras realizaciones desde aproximadamente 10 a aproximadamente 40 °C.

En una o más realizaciones, la concentración de polvo de hierro 33 dentro de la suspensión 35 se puede representar como un porcentaje de sólidos dentro del peso de líquido. En una o más realizaciones, el porcentaje de polvo de hierro en sólidos dentro de la suspensión 35 puede ser desde aproximadamente 0,02 a aproximadamente 5,0% en peso, en otras realizaciones desde aproximadamente 0,03 a aproximadamente 1,0% en peso y en otras realizaciones desde aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,2% en peso.

#### REACTOR DE ADICION

Como se indicó anteriormente, el tetracloruro de carbono reacciona con olefina, tal como etileno, en presencia de una especie catalítica, tal como polvo de hierro o sus derivados, para producir un propano clorado dentro del reactor 51. En particular, el tetracloruro de carbono reacciona con etileno para producir 1,1,1,3-tetracloropropano, como se describe en las Publicaciones de EE.UU. Nº 2004/0225166 y 2009/0216055.

El reactor 51 se puede describir con más detalle con referencia a la Fig. 2, que muestra la suspensión 35 que entra al reactor 51 en la entrada 53, así como la olefina 61 (etileno) que entra en la entrada 55, y otros materiales opcionales, tales como el ligando 69 de tributilfosfato y la corriente 65 de reciclo del catalizador, que entran a través de la entrada 57. El contenido del reactor forma un nivel 67 de líquido, que es el nivel de líquido tras la aireación, y el experto apreciará que el nivel de líquido será menor cuando esté quieto (es decir, no aireado). El reactor 51 generalmente incluye un reactor de depósito del tipo conocido en la técnica (p. ej., un CSTR).

En una o más realizaciones, la carga de la suspensión 35, la olefina 61 y otros materiales 69, 65 tiene lugar inyectando los materiales por debajo del nivel 67 de líquido dentro del reactor 51. Como apreciará el experto, esto puede tener lugar mediante la utilización de tubos de inmersión, así como diferentes boquillas o dispositivos de difusión. En realizaciones particulares, la olefina 61 se inyecta en una ubicación próxima al extremo inferior 71 del reactor 51. En realizaciones aún más particulares, la olefina 61 se inyecta en o cerca de los elementos 73 de mezclado del dispositivo 75 de mezclado. En una o más realizaciones, uno o más de los reactivos o catalizadores se pueden inyectar por encima del nivel 67 de líquido (es decir, dentro del espacio de cabezal del reactor); ventajosamente, la utilización de un agitador de aspiración permite la introducción de materiales gaseosos en el espacio de cabeza, ya que el agitador finalmente entregará los materiales gaseosos a la zona de reacción. Como se indicó anteriormente, el efluente 63 de reactor sale del reactor 51 a través de la salida 59.

El dispositivo 75 de agitación incluye un conducto que proporciona comunicación gaseosa entre el espacio de cabezal 68 y la mezcla líquida (es decir, la suspensión 35) por debajo del nivel 67 de líquido. Como resultado, los compuestos volátiles, especialmente etileno, dentro del espacio de cabezal se pueden devolver a la mezcla líquida 64 para facilitar la reacción deseada. En una o más realizaciones, el dispositivo 75 de agitación es un agitador de aspiración. Como apreciará el experto, estos agitadores extraen materiales gaseosos (p. ej., etileno) del espacio de cabezal y reintroducen los materiales gaseosos en la zona de reacción (es decir, en la mezcla líquida 64). En una o más realizaciones, el dispositivo 75 de agitación se opera a una relación de potencia a volumen de al menos 10 kilovatios por metro cúbico (kW/m<sup>3</sup>), en otras realizaciones, al menos 30 kW/m<sup>3</sup>, y en otras realizaciones al menos 50 kW/m<sup>3</sup>, y en otras realizaciones desde aproximadamente 10 a aproximadamente 100 kW/m<sup>3</sup>.

Como también se muestra en la Fig. 2, así como en la Fig. 3, el reactor 51 incluye uno o más deflectores 81, 83, 85 y 87 de agitación. Cada uno de estos deflectores (81, 83, 85, 87) de agitación respectivos están unidos a la pared del reactor (o a la parte superior o inferior del reactor). Las dimensiones y geometría de los deflectores de agitación se conocen en la

técnica. Como se muestra mejor en la Fig. 2, el reactor 51 está equipado con un deflector 91 de zona inmóvil. El deflector 91 de zona inmóvil incluye las paredes opuestas 93, 97, que están unidas respectivamente a la pared circunferencial 52 del reactor 51. El deflector 91 de zona inmóvil también incluye la pared 95 de interconexión que conecta las paredes opuestas 93, 97 para formar así la zona inmóvil 92. El deflector 91 de zona inmóvil se extiende parcialmente a lo largo de la altura 54 de la pared 52 con el fin de proporcionar un espacio 99 de deflector (mostrado mejor en la Fig. 2) próximo al fondo 71 del reactor 51. Dicho de otra manera, el deflector 91 de zona inmóvil tiene una altura que se extiende por encima de la línea 67 de nivel de líquido en su extremo superior 96, y en su extremo inferior 94 no hace contacto con el fondo 71 del reactor 51 para proporcionar un espacio 99 a través del cual el líquido puede fluir. El deflector 91 de zona inmóvil está posicionado dentro del reactor 51 para rodear la salida 59. Como resultado, el efluente 63 de reactor debe entrar en la zona inmóvil 92 formada por el deflector 91 de la zona inmóvil a través del espacio 99 de deflector con el fin de salir por la salida 59.

Como resultado de esta configuración, el deflector 91 de zona inmóvil protege la salida 59 de la agitación directa provocada por el dispositivo 75 de agitación. Las burbujas gaseosas, tales como el etileno dentro del medio líquido 64, tienen por lo tanto un camino sin restricciones para salir de la zona inmóvil 92 al espacio de cabezal 68 del reactor. Asimismo, la configuración del deflector 91 de zona inmóvil, que impacta en la zona inmóvil 92, proporciona una baja velocidad de flujo de líquido cuando el contenido del reactor entra en el espacio 99 de deflector y sale por la salida 59. Esta baja velocidad promueve la sedimentación del polvo de hierro. Como apreciará el experto, inhibiendo que el polvo de hierro salga del reactor 51, el polvo de hierro se puede recircular dentro del reactor de modo que se pueda convertir en especies solubles por reacción o interacción con uno o más constituyentes dentro del reactor. Por lo tanto, con el camino sin restricciones para que los materiales gaseosos salgan de la zona inmóvil 92 y con la velocidad de flujo disminuida que promueve la sedimentación de polvo de hierro, la cantidad de reactivos gaseosos (p. ej., etileno) y polvo de hierro que sale del reactor 51 a través de la salida 59 se minimiza. En estas u otras realizaciones, la salida 59 está equipada con una boquilla 62 de efluente de forma cónica, en la que el extremo ancho 66 está unido a la pared 52 del reactor. Esta configuración inhibe aún más el arrastre de gas dentro del efluente 63. También, la altura de la salida 59, con relación a la altura del reactor, está diseñada para evitar una turbulencia sustancial o apreciable que está presente en el fondo del reactor. El experto apreciará que, no obstante, la salida 59 está situada relativamente baja dentro del reactor para proporcionar la capacidad de vaciar el contenido del reactor cuando se deseé.

En una o más realizaciones, la velocidad del medio líquido 64 que viaja a través del espacio 99 de deflector es menor de 0,0015, en otras realizaciones menor de 0,0009 y en otras realizaciones menor de 0,0006 m/s.

### 30 DESTILACIÓN/PURIFICACIÓN

El efluente 63 de reactor que sale del reactor 51 incluye el producto de propano clorado deseado (p. ej., 1,1,1,3-tetracloropropano) junto con los reactantes sin reaccionar (p. ej., tetracloruro de carbono y etileno), subproductos de reacción y catalizador y residuos de catalizador. Por lo tanto, el efluente 63 de reactor se puede denominar corriente de hidrocarburo clorado crudo (p. ej., crudo de 1,1,1,3-tetracloropropano). Este crudo se purifica luego empleando una o más técnicas de destilación para obtener una corriente de propano clorado purificado (p. ej., 1,1,1,3-tetracloropropano purificado).

El proceso de purificación de una o más realizaciones se puede describir con referencia a la Fig. 4, que muestra el sistema 101 de purificación que incluye la columna 103 de destilación y el calderín 123. Como se conoce generalmente en la técnica, la columna 103 incluye una zona inferior 103A, donde los fondos 106 de la columna en forma de líquido se acumulan y forman el nivel 106A de líquido, la zona 103B de envasado, donde se ubican los materiales de envasado y/o bandejas, y el espacio 103C de cabezal a través de cuyo vapor sale de la columna 103.

En una o más realizaciones, el calderín 123, que también se puede denominar caldera 123 de recirculación forzada, puede incluir un calderín de una o varias pasadas. En realizaciones particulares, como se describirá a continuación en la presente memoria, un fluido o medio de calentamiento se desplaza por el lado de la carcasa a través del calderín 123. La práctica de la presente invención no está limitada por el tipo de fluido de calentamiento empleado y puede incluir, por ejemplo, vapor.

La columna 103 de destilación y el calderín 123 están en comunicación fluida a través del circuito cerrado 111 del calderín. El crudo 63 entra en la columna 103 en el fondo 103A en o cerca del nivel 106A de líquido, donde el crudo 63 se incluye en el fondo de la columna 106 en el fondo de la columna 103 de destilación. Los fondos de la columna 106 (que incluyen los propanos clorados objetivo) entran al circuito cerrado 111 desde la salida 105. La velocidad de los fondos 106 de la columna que fluyen a través del circuito cerrado 111 está regulada, por ejemplo, por la bomba 115. En una o más realizaciones, la velocidad de los fondos de la columna que fluyen a través del circuito cerrado 111 se mantiene a una velocidad suficiente para reducir las temperaturas de la pared del tubo dentro del calderín 123 y de ese modo inhibir las reacciones y/o la formación de depósitos dentro del calderín 123. Los fondos de la columna 106 entran en el calderín 123 por la entrada 125 y hacen circular el lado del tubo dentro del calderín 123. En una o más realizaciones, la velocidad de los fondos 106 de la columna a través del calderín 123 es al menos 1, en otras realizaciones al menos 3, y en otras realizaciones al menos 5 m/s. En estas u otras realizaciones, la velocidad de los fondos 106 de la columna a través del calderín 123 es desde aproximadamente 1 a aproximadamente 20, en otras realizaciones desde aproximadamente 2 a aproximadamente 12, y en otras realizaciones desde aproximadamente 3 a aproximadamente 9 m/s.

Como se sugirió anteriormente, los fondos 106 de la columna se desplazan por el lado del tubo a través del calderín 123 donde se someten al calor que se transfiere desde el vapor 127 de fluido de calentamiento (p. ej., vapor) introducido a través de la entrada 126 del lado de la carcasa de los fondos 106. En una o más realizaciones, el flujo de calor a lo largo de los tubos dentro del calderín 123 es menor de 44, en otras realizaciones menor de 33 y en otras realizaciones menor

5 de 22 kW/m<sup>2</sup>. En estas u otras realizaciones, el flujo de calor a través de los tubos dentro del calderín 123 es desde aproximadamente 5 a aproximadamente 44, en otras realizaciones desde aproximadamente 7 a aproximadamente 33, y en otras realizaciones desde aproximadamente 10 a aproximadamente 22 kW/m<sup>2</sup>.

Los fondos 106 de la columna salen del calderín por la salida 129, como un líquido calentado, y se inyectan en la columna 103 en la entrada 107, que está posicionada debajo de la zona 103B de envasado; en realizaciones particulares, los fondos 106 de la columna entran en o cerca del nivel 106A de líquido. Los fondos 106 de la columna que salen del calderín 123 a través de la salida 129 se calientan hasta el punto de que se inflaman (es decir, hierven) debido a las diferencias de presión experimentadas al entrar en la columna 103. También, como sugiere la Fig. 4, el hervidor 123 puede estar ubicado en una elevación más baja con relación al fondo de la columna 103 de destilación para proporcionar de ese modo suficiente presión hidrostática e impedir de este modo la ebullición prematura de los fondos de la columna dentro del calderín 123. Por consiguiente, la combinación de la velocidad del fluido, el reflujo de calor dentro del calderín 123 y la presión mantenida dentro del circuito cerrado 111 sirven para inhibir reacciones y/o la formación de depósitos en las paredes del tubo o dentro de la columna 103 de destilación.

10 Como apreciará el experto, los hidrocarburos clorados deseados saldrán de la columna 103 de destilación como una corriente 132 de vapor a través de la salida 109 de vapor de la columna 103 de destilación. La corriente 132 de vapor puede entonces dirigirse a través del condensador 136, lo que provoca la condensación del hidrocarburo clorado 138 deseado (p. ej., 1,1,1,3-tetracloropropano), que también se puede denominar corriente 138 de condensado, al tiempo que permite materiales más ligeros (así como materiales no condensables) para salir como una corriente 140 de extremo de luz. Una parte de la corriente 138 de condensado se puede dirigir de regreso a la columna 103 a través de un distribuidor (no mostrado) y al espacio 130C de cabezal para refluir el envase. El resto del condensado 138 se recoge como el producto deseado. Dependiendo del nivel deseado de purificación, se puede realizar una destilación y purificación adicionales de la corriente 138 de condensado en el procesamiento posterior. Dependiendo del nivel deseado de purificación, se pueden realizar una destilación y purificación adicionales de la corriente 138 de condensado en el procesamiento aguas abajo.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un proceso para producir propanos clorados haciendo reaccionar tetracloruro de carbono con etileno dentro de un reactor de depósito que incluye una mezcla de reacción líquida y un espacio de cabezal por encima de la mezcla de reacción en donde el gas etileno se difunde desde la mezcla de reacción líquida hacia el espacio de cabezal mientras que agita la mezcla de reacción, comprendiendo el proceso la transferencia de etileno dentro del espacio de cabezal de vuelta a la mezcla de reacción a través de un conducto dentro del dispositivo de mezclado que agita la mezcla de reacción.
- 10 2. El proceso de la reivindicación 1, donde el dispositivo de mezclado es un agitador de aspiración.
3. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el dispositivo de mezclado está operando a una relación de potencia a volumen de al menos  $10 \text{ kW/m}^2$ .

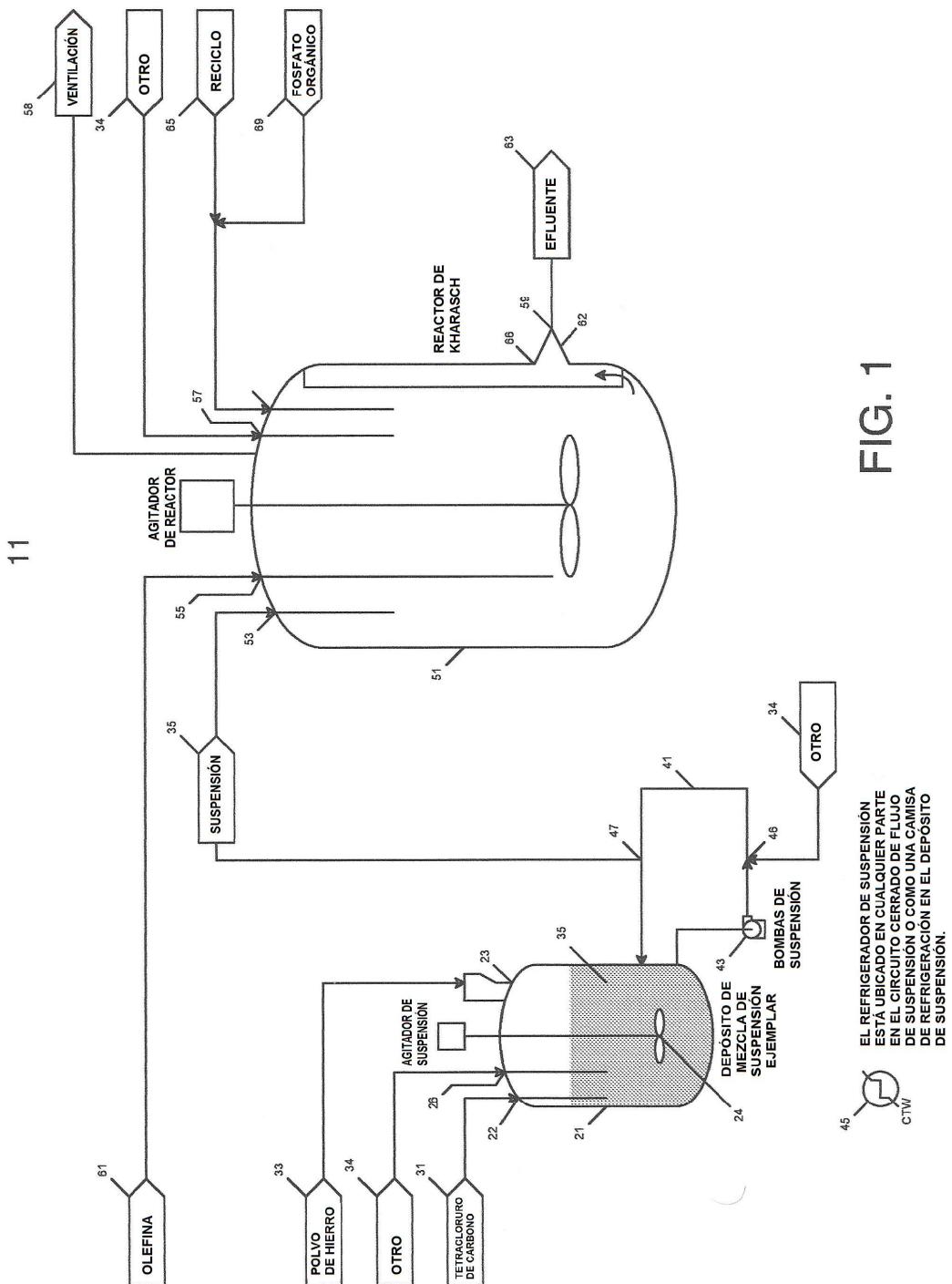
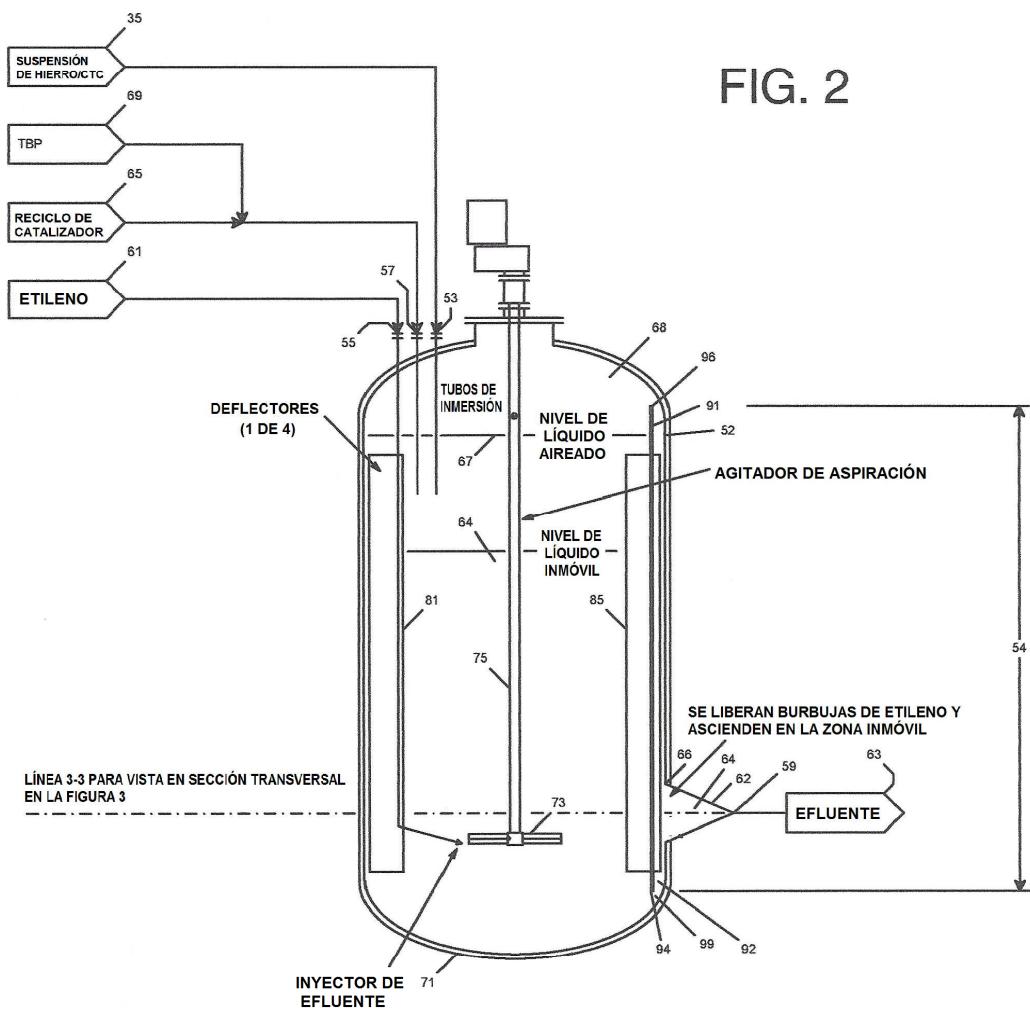


FIG. 1

FIG. 2



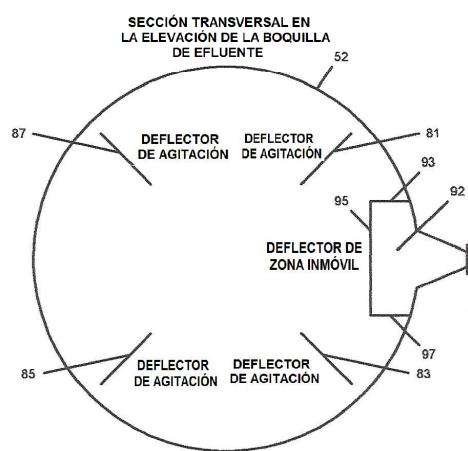


FIG. 3

FIG. 4

