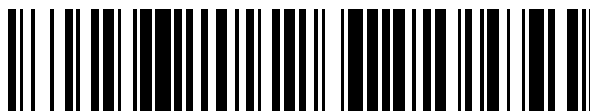


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 765**

51 Int. Cl.:

C07C 17/383 (2006.01)

C07C 17/395 (2006.01)

C07C 21/073 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.06.2010** **E 14173170 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.08.2017** **EP 2789599**

54 Título: **Deshidrohalogenación selectiva de hidrocarburos halogenados terciarios y eliminación de impurezas de hidrocarburos halogenados terciarios**

30 Prioridad:

26.06.2009 US 269594 P

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

30.11.2017

73 Titular/es:

DOW AGROSCIENCES LLC (100.0%)
9330 Zionsville Road
Indianapolis, Indiana 46268, US

72 Inventor/es:

TRIPPEER, MICHAEL LEE;
FRANK, TIMOTHY CHARLES;
AU-YEUNG, PATRICK HO SING;
BRONKEMA, JASON LEE;
JOHNSTON, ROBIN KEITH;
PATEL, MUKUND R.;
HOLDEN, BRUCE STEPHEN;
MCCABE, TERRENCE y
HICKMAN, DANIEL ALAN

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 644 765 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

Deshidrohalogenación selectiva de hidrocarburos halogenados terciarios y eliminación de impurezas de hidrocarburos halogenados terciarios

Antecedentes de la invención

5 La presente solicitud se refiere al campo de los hidrocarburos halogenados y de la fabricación y purificación de los mismos, y más particularmente, pero no exclusivamente, se refiere a procedimientos para la deshidrohalogenación de hidrocarburos halogenados terciarios, dichos procesos tienen utilidad, por ejemplo, en la eliminación de impurezas de hidrocarburos halogenados terciarios de una corriente de proceso de fabricación.

10 El 1,3-dicloro-1-propeno es un compuesto comercial útil en los campos de la medicina y la agricultura. Dow AgroSciences, Inc., (Zionsville, Ind.) produce una mezcla de isómeros cis y trans de 1,3-dicloro-1-propeno bajo la marca comercial Telone II® para su uso como un fumigante de suelos para controlar nematodos.

15 El 1,3-dicloro-1-propeno es un subproducto, o co-producto, de las reacciones químicas empleadas para producir cloruro de alilo, y por lo tanto se pueden hacer productos comerciales de 1,3-dicloro-1-propeno mediante el aislamiento de una fracción de subproducto de una planta de producción de cloruro de alilo, que incluya 1,3-dicloro-1-propeno (denominado en este documento como una fracción de "Telone bruto"), y sometiendo después el producto de Telone bruto a un proceso de destilación para separar y recuperar 1,3-dicloro-1-propeno de los otros subproductos e impurezas que se producen en el proceso de fabricación de cloruro de alilo y que se separan con la fracción de Telone bruto. Mientras que el procesamiento por destilación es adecuado para lograr los niveles de pureza deseados con respecto a muchos de los subproductos e impurezas en el Telone bruto, no puede efectivamente separarse una especie particular de alcanos clorados terciarios, 2-cloro-2-metilpentano, de 1,3-dicloro-1-propeno por destilación satisfaciendo los niveles de pureza deseados.

25 El documento de patente de Estados Unidos US2003/164284 divulga una composición que comprende cis-1,3-dicloropropeno, trans-1,3-dicloropropeno y compuestos C6, que es sometida a una etapa de destilación y a una etapa de reacción con cloro o bromo para eliminar el cis-1,3-dicloropropeno como un componente de bajo punto de ebullición, y después destilar el residuo para eliminar los compuestos C6 clorado como un componente de punto de ebullición alto y obtener trans-1,3-dicloro-1-propeno como un componente de punto de ebullición bajo.

30 Existe una necesidad de procedimientos eficaces para eliminar la impureza de 2-cloro-2-metilpentano de 1,3-dicloro-1-propeno y, más en general, existe la necesidad de eliminar las impurezas de hidrocarburos halogenados terciarios de un producto de hidrocarburos halógenados objetivo. La presente solicitud se dirige a estas necesidades y proporciona beneficios adicionales.

Compendio de la invención

En un aspecto, la presente solicitud proporciona un método para eliminar una impureza de hidrocarburo halogenado terciario de un compuesto de hidrocarburo halogenado objetivo, que comprende:

35 proporcionar una primera mezcla que comprende el compuesto de hidrocarburo halogenado objetivo y una impureza de hidrocarburo halogenado terciario;

40 poner en contacto la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo halogenado terciario con un catalizador de deshidrohalogenación eficaz para catalizar una conversión de la impureza de hidrocarburo halogenado terciario a un hidrocarburo insaturado no halogenado o menos halogenado correspondiente y halogenuro de hidrógeno, con lo que se proporciona una mezcla modificada, comprendiendo el catalizador de deshidrohalogenación un adsorbente que incluye óxido de silicio, óxido de aluminio o ambos, óxido de silicio y óxido de aluminio; y

destilar la mezcla modificada para separar y recuperar un compuesto halogenado hidrocarbonado objetivo.

Otras realizaciones, formas, características, ventajas, aspectos y beneficios se harán evidentes de la siguiente descripción y los dibujos.

45 Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según una realización de la presente solicitud.

La Fig. 2 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

50 La Fig. 3 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

La Fig. 4 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

La Fig. 5 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

- 5 La Fig. 6 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

La Fig. 7 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

- 10 La Fig. 8 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

La Fig. 9 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

La Fig. 10 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

- 15 La Fig. 11 es una vista esquemática de un sistema de purificación de 1,3-dicloro-1-propeno según otra realización de la presente solicitud.

Descripción detallada

- La presente solicitud se refiere al descubrimiento de determinadas técnicas para deshidrohalogenar selectivamente hidrocarburos halogenados terciarios a fin de convertir el hidrocarburo halogenado terciario en un alqueno correspondiente menos halogenado o no halogenado acompañado por la liberación de un halogenuro de hidrógeno (es decir, cloruro de hidrógeno, fluoruro de hidrógeno y/o bromuro de hidrógeno). Tal como se utiliza en este documento, el término "hidrocarburo halogenado terciario" se refiere a un hidrocarburo en el que un carbono unido a tres carbonos vecinos (es decir, un carbono terciario) también está unido a un halógeno, y que incluye un hidrógeno en beta. El hidrocarburo halogenado terciario es un alcano o alqueno clorado terciario. En una realización, el hidrocarburo halogenado terciario es un alcano terciario clorado. En aún otra realización, el hidrocarburo halogenado terciario comprende 2-cloro-2-metilpentano. Debido a que los catalizadores de deshidrohalogenación descritos en este documento son eficaces para selectivamente deshidrohalogenar hidrocarburos halogenados terciarios en una mezcla sin alterar otros hidrocarburos halogenados en la mezcla, las reacciones de deshidrohalogenación catalizadas descritas en este documento pueden emplearse en procesos para la purificación de productos de hidrocarburos halogenados. Por lo tanto, otro aspecto de la solicitud se refiere a la deshidrohalogenación de uno o más hidrocarburos halogenados terciarios como una fase de tratamiento adicional de un proceso de destilación industrial para aumentar los niveles de pureza del compuesto objetivo.

- En ciertos aspectos de la presente solicitud, se presta atención a la deshidrocloración de hidrocarburos clorados terciarios y la eliminación de hidrocarburos clorados terciarios de una mezcla de corriente de flujo que incluye uno o más hidrocarburos clorados terciarios y otros hidrocarburos halogenados. Además, aunque una o más de las realizaciones descritas en este documento envuelven la deshidrocloración de alcanos clorados terciarios, la presente solicitud también contempla la aplicación de los principios descritos en este documento a los alquenos clorados terciarios, tales como, por ejemplo, 4-cloro-4-metil-1-penteno, u otros hidrocarburos clorados terciarios que incluyen un hidrógeno en beta. Por lo tanto, para los propósitos de la presente memoria, las realizaciones relativas a los alcanos clorados terciarios también están destinadas a aplicarse a los hidrocarburos clorados terciarios, ya sean alcanos, alquenos, u otros hidrocarburos que tengan un cloro unido a un carbono terciario y que comprendan un hidrógeno en beta, como si cada una de estas realizaciones alternativas fueran designadas por sus nombres.

- En un proceso para la conversión de hidrocarburos halogenados terciarios a los correspondientes alquenos menos halogenados o no halogenados y cloruro de hidrógeno según la presente solicitud, los hidrocarburos halogenados terciarios se ponen en contacto con un catalizador de deshidrohalogenación de tipo adsorbente. Se ha descubierto que pueden lograrse tasas de conversión comercialmente efectivas realizando la reacción catalizada en fase líquida a una temperatura menor que el punto de rocío de la mezcla que contiene el hidrocarburo halogenado terciario reactivo o en fase de vapor a una temperatura por encima del punto de rocío de la mezcla. En una realización, la reacción catalizada se lleva a cabo a una temperatura de menos de aproximadamente 135° C. La realización de la reacción en fase líquida puede ser eficaz en algunas realizaciones para ahorrar la energía que de otro modo sería necesaria para vaporizar la corriente de proceso; sin embargo, en otras realizaciones, tales como, por ejemplo, donde una corriente de proceso ya está en fase de vapor, la reacción se puede realizar en fase de vapor sin la aportación de cantidades significativas de energía.

- El catalizador de deshidrohalogenación utilizado en los métodos y sistemas descritos en el presente documento es un catalizador de deshidrohalogenación de tipo adsorbente. Como se usa en el presente documento, los términos "catalizador de deshidrohalogenación", "catalizador de deshidrocloración", "catalizador de deshidrohalogenación de

tipo adsorbente", "catalizador de deshidrocloración de tipo adsorbente" y "catalizador de tipo adsorbente" se utilizan indistintamente para referirse a un adsorbente tradicional que incluye óxido de silicio y/o óxido de aluminio, tal como, por ejemplo, alúmina activada (óxidos de aluminio), alúmina sinterizada (óxido de aluminio), arcilla activada (óxidos de silicio y de aluminio), sílice pirolizada o de gel de sílice (óxido de silicio), y silicato de magnesio (un óxido de silicio). En una realización, el catalizador de tipo adsorbente está en su forma natural, es decir, sin haber sido tratado previamente con ningún dopaje especial o metales. Catalizadores representativos de arcilla activada comercialmente disponibles que se pueden usar en los procedimientos descritos en este documento incluyen, por ejemplo, mordenita, que está disponible comercialmente de un número de proveedores de zeolita, tales como Sud-Chemie Inc. (Louisville, KY) y Tonsil™, que está comercialmente disponible de Sud-Chemie Inc. (Louisville, KY). En una realización, el catalizador de alúmina activada comprende una alúmina activada de grado neutro o una alúmina activada de grado ácido. Un catalizador de alúmina activada representativo disponible comercialmente que se puede utilizar en los procedimientos descritos en el presente documento es alúmina activada F-200, que está disponible comercialmente de BASF Catalysts LLC (Iselin, NJ). En otra realización, el catalizador comprende un catalizador de óxido de aluminio ácido o neutro que ha sido sinterizado para reducir el área de superficie y la acidez. Materiales de este tipo están disponibles comercialmente de BASF Catalysts LLC (Iselin, NJ). En otras realizaciones, el catalizador es una gel de sílice o una zeolita.

La reacción selectiva de deshidrohalogenación catalizada puede llevarse a cabo en un reactor que define una cámara de reacción en la que está contenido el catalizador. El hidrocarburo halogenado terciario, o una mezcla que contiene el mismo, se hace pasar a través de la cámara de reacción en contacto con el catalizador. En una realización, un gas de arrastre inerte también se pasa a través de la cámara de reacción. El gas de arrastre inerte funciona eliminando el producto de reacción de halogenuro de hidrógeno de la cámara de reacción, lo que ayuda a conducir el equilibrio de la reacción hacia el lado del producto. Dependiendo de la temperatura de reacción, la adición del gas inerte también aumenta el porcentaje de la alimentación que se encuentra en la fase de vapor en el reactor. El gas de arrastre puede comprender cualquier gas inerte. Tal como se utiliza en este documento, el término "gas inerte" se refiere a cualquier compuesto o elemento que es un gas estable a una temperatura y bajo condiciones presentes en el reactor de deshidrohalogenación, tales como nitrógeno, helio, argón o hidrocarburos ligeros.

El catalizador puede tener una variedad de formas físicas adecuadas para la consecución de un nivel aceptable de contacto con el(los) reactivo(s), muchos ejemplos de las cuales son bien conocidos por los expertos en la técnica. Las formas preferidas son las que proporcionan un área de superficie grande para el contacto con el(los) reactivo(s). Por ejemplo, y sin limitación, el catalizador se puede proporcionar en una forma de partículas en un lecho empaquetado o un lecho fluido o en una forma estructurada, tal como, por ejemplo, relleno estructurado o deflectores como se describe adicionalmente a continuación.

Las condiciones de reacción a las que los reactivos están en la fase líquida o en la fase gaseosa al entrar en contacto con el catalizador se emplean adecuadamente, pero actualmente se prefiere una reacción en fase gaseosa. En una realización en la que la reacción catalizada se lleva a cabo en la fase líquida, condiciones de reacción prescritas, tales como que se lleve a cabo en un lecho empaquetado, un lecho fluido o una forma estructurada, incluyen una temperatura máxima del catalizador de aproximadamente 125° C, una presión de 3,4 a 345 kPa (0,5 a 50 psia), tasas de flujo del gas de arrastre de 0 a aproximadamente 4.000 hr⁻¹ de velocidad espacial horaria de gas (GHSV) y tasas de flujo de alimentación de líquido de 0 a aproximadamente 4.000 de velocidad espacial horaria de peso (WHSV). En otra realización, en la que la reacción catalizada se lleva a cabo en fase gaseosa, condiciones de reacción prescritas, tales como que se lleve a cabo en un lecho empaquetado, un lecho fluido o una forma estructurada, incluyen una temperatura máxima del catalizador de aproximadamente 200° C, una presión de 3,4 a 690 kPa (0,5 a 100 psia), tasas de flujo de gas de arrastre de 0 a aproximadamente 4.000 hr⁻¹ de velocidad espacial horaria de gas (GHSV) y tasas de flujo de alimentación gaseosa de 0 a aproximadamente 4.000 hr⁻¹ velocidad espacial horaria de gas (GHSV).

En una realización, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 20 a aproximadamente 150° C. En otra realización, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 50 a aproximadamente 125° C. En todavía otra realización, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 60 a aproximadamente 115° C. En todavía otra realización, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 90 a aproximadamente 105° C. En todavía otra realización, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 90 a aproximadamente 125° C. En todavía otra realización, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 90 a aproximadamente 115° C.

En una realización, la reacción se lleva a cabo a una presión de 3,4 a 345 kPa (0,5 a 50 psia). En otra realización, la reacción se lleva a cabo a una presión de 34 a 207 kPa (5 a 30 psia). En aún otra realización, la reacción se lleva a cabo a una presión de 69 a 172 kPa (10 a 25 psia). En aún otra realización, la reacción se lleva a cabo a una presión de 96,5 a 138 kPa (14 a 20 psia). En aún otra realización, la reacción se lleva a cabo a presión atmosférica.

Las reacciones de deshidrohalogenación catalizadas comentadas anteriormente se pueden emplear ventajosamente para eliminar un alcano halogenado terciario y/o impureza de alqueno clorado terciario de un compuesto objetivo o mezcla, tal como, por ejemplo, de un compuesto de hidrocarburo halogenado o una mezcla que incluya uno o más compuestos de hidrocarburos halogenados. Esto es comercialmente útil, por ejemplo, para purificar un compuesto

objetivo o mezcla en una corriente de proceso de fabricación que incluye uno o más alcanos halogenados terciarios y/o impurezas de alquenos halogenados terciario o para recuperar halogenuros de hidrógeno e hidrocarburos de una corriente de residuos que incluye uno o más alcanos halogenados terciarios y/o alquenos clorados terciarios. Los métodos y sistemas descritos en este documento también pueden emplearse como una técnica de producción para producir compuestos de hidrocarburo específicos a partir de hidrocarburos halogenados terciarios.

Con respecto a la eliminación de un alcano halogenado terciario y/o impureza de alqueno halogenado terciario de un compuesto o mezcla, un método incluye la deshidrohalogenación de uno o más alcanos halogenados terciarios y/o alquenos halogenados terciarios usando un catalizador de deshidrohalogenación como se describió anteriormente, junto con uno o más tratamientos de destilación. Una realización de la presente solicitud es un método para separar y recuperar 1,3-dicloro-1-propeno a partir de una corriente de flujo, que también incluye uno o más alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios. El método incluye poner en contacto la corriente de flujo con un catalizador de tipo adsorbente adecuado para la conversión de los uno o más alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alqueno clorado terciario en la corriente de flujo en uno o más alquenos correspondientes, es decir, los hidrocarburos insaturados correspondientes no clorados o menos clorados, y cloruro de hidrógeno. Los alquenos correspondientes producidos en el reactor son fácilmente destilables a partir de 1,3-dicloro-1-propeno, y por lo tanto la conversión del alcano clorado terciario y/o las impurezas de alqueno clorado terciario a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados, seguido de destilación puede efectivamente eliminar el alcano clorado terciario y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios de 1,3-dicloro-1-propeno. En una realización, los productos de reacción, junto con cualquier otra impureza que pueda estar presente, se separan por destilación en una configuración de dos columnas, una primera columna es eficaz para separar y purificar el isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno, y la segunda columna es eficaz para separar el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno de las impurezas. Este proceso permite la producción de un producto de 1,3-dicloro-1-propeno más altamente purificado en comparación con los procesos conocidos y utilizados en la técnica anterior, y asiste en el cumplimiento de las normas elevadas de pureza.

Con referencia ahora a la Fig. 1, se muestra ahí un esquema de proceso ilustrativo para la purificación de un producto de 1,3-dicloro-1-propeno. La corriente de alimentación 15 del sistema 10 incluye 1,3-dicloro-1-propeno y al menos un alcano clorado terciario y/o impureza de alqueno clorado terciario. En una realización, la corriente de alimentación 15 comprende un producto de cis- y trans-1,3-dicloro-1-propeno mezclados, que incluye un alcano clorado terciario y/o una impureza de alqueno clorado terciario, tal como el producto pesticida Telone II® disponible en el mercado, que es una mezcla comercialmente disponible de cis- y trans-1,3-dicloro-1-propeno que incluye algunos alcanos terciarios clorados residuales y/o impurezas de alquenos clorados terciarios residuales, tales como, por ejemplo, el alcano clorado terciario 2-cloro-2-metilpentano, el alcano clorado terciario 2-cloro-2,3-dimetilbutano y/o el alqueno clorado terciario 4-cloro-4-metil-1-penteno. Alternativamente, la corriente de alimentación 15 puede ser un producto de 1,3-dicloro-1-propeno que tiene niveles de pureza similares a Telone II®, o incluso que tiene niveles de pureza inferiores. En esta realización, la corriente de alimentación 15 se puede derivar al menos en parte de un proceso del mismo sitio asociado a la fabricación de un producto de cis- y trans-1,3-dicloro-1-propeno mezclados, tal como un procedimiento comercial para la fabricación de Telone II®. El Sistema 10 se utiliza para aumentar el nivel de pureza del producto Telone II®.

En otra realización, la corriente de alimentación 15 comprende una fracción de subproducto de una planta de fabricación de cloruro de alilo que incluye cis- y trans-1,3-dicloro-1-propeno y otros subproductos de la planta de fabricación de cloruro de alilo que se separan en la fracción de 1,3-dicloro-1-propeno. Por ejemplo, la corriente de alimentación 15 se puede derivar al menos en parte de un proceso del mismo sitio asociado a la fabricación de cloruro de alilo. Un ejemplo de una corriente de alimentación tal adecuada es la corriente 26 del proceso de cloruro de alilo representado en la Figura 1 de la solicitud de patente Internacional Número PCT/US95/14354, publicada como publicación de patente internacional número WO 97/03035. La corriente 26, o una mezcla compuesta de manera similar de 1,3-dicloro-1-propeno y alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios, se denomina en este documento "Telone bruto", e incluye típicamente cis- y trans-1,3-dicloro-1-propeno y al menos un alcano clorado terciario y/o una impureza de alqueno clorado terciario, tal como, por ejemplo, el alcano clorado terciario 2-cloro-2-metilepentano, el alcano clorado terciario 2-cloro-2,3-dimetilbutano y/o el alqueno clorado terciario 4-cloro-4-metil-1-penteno.

En el procedimiento representado en la Fig. 1, el producto 1,3-dicloro-1-propeno purificado 64 se produce mediante un proceso de múltiples etapas que incluyen una reacción que convierte el alcano clorado terciario y/o impurezas de alqueno clorado terciario a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno, y una variedad de tratamientos de separación por destilación. Específicamente, la corriente de alimentación 15 se alimenta al reactor catalítico 20 que define una cámara de reacción (también referida en este documento como "zona de reacción de deshidrocloración" o "zona de reacción"), donde se pone en contacto con un catalizador de tipo adsorbente para convertir los alcanos clorados terciarios y/o los alquenos clorados terciarios en la corriente de alimentación 15 a los correspondientes alquenos clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno. Las temperaturas de reacción, presiones y otros parámetros de la reacción pueden ser como se describieron anteriormente, a condición de que la temperatura de la reacción en esta realización sea preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 130° C y la presión sea preferiblemente de 34 a 207 kPa (aproximadamente de 5 a aproximadamente 30 psia). En otra realización, la temperatura es desde

aproximadamente 80 a aproximadamente 120° C. En aún otra realización, la temperatura es de aproximadamente 100 a aproximadamente 110° C. En aún otra realización, la presión es de aproximadamente 69 a 172 kPa (aproximadamente 10 a aproximadamente 25 psia). En aún otra realización, la presión es de 96,5 a 138 kPa (de aproximadamente 14 a aproximadamente 20 psia).

5 El reactor catalítico 20 también está configurado para recibir corriente de flujo de gas de arrastre opcional 22 y para pasar un gas de arrastre a través de la cámara de reacción. El gas de arrastre opera para eliminar los correspondientes productos de reacción de cloruro de alqueno no clorado o menos clorado y cloruro de hidrógeno de la cámara de reacción del reactor catalítico 20, ayudando de este modo a conducir el equilibrio de la reacción hacia los productos. Después del paso a través de la cámara de reacción del reactor 20, el gas de arrastre puede ser procesado para eliminar el cloruro de hidrógeno y otros productos de reacción arrastrados en el mismo, y opcionalmente se puede reciclar a través de la cámara de reacción. En otras realizaciones, la corriente de flujo de gas de arrastre 22 está ausente. El efluente 24 de la zona de reacción (también referido en este documento como "mezcla de reacción de la fase 2 24") sale del reactor 20.

15 El efluente 24 de la zona de reacción que sale del reactor 20 incluye una concentración reducida de alcanos clorados terciarios y/ o impurezas de alquenos clorados terciarios en comparación con la corriente de alimentación 15. El efluente de la zona de reacción es entonces transportado al separador de vapor y líquido y enfriador 30 para separar los componentes del efluente 24 de la zona de reacción en la primera fracción ligera gaseosa 32, que puede ser recuperada o eliminada a través de cualquier medio convencional, por ejemplo, mediante incineración, y la primera fracción líquida 34, que incluye cis- y trans-1,3-dicloropropeno y las impurezas destilables.

20 La primera fracción líquida 34 se introduce entonces en el primer separador de destilación 40, también denominado en este documento como la "columna de destilación trans" o "columna trans", que es eficaz para separar y purificar el isómero trans de punto de ebullición más alto de 1,3-dicloro-1 propeno mediante la eliminación de un componente de bajo punto de ebullición 44 que contiene el isómero cis y las impurezas de la parte superior del separador 40 y la recuperación del purificado trans-1,3-dicloro-1-propeno 46 del separador 40 como un componente de punto de ebullición alto. En un caso en el que la corriente de alimentación 15 incluye otros componentes de punto de ebullición bajo, tales como, por ejemplo, compuestos C3 u otros componentes de punto de ebullición bajo, estos son separados y recuperados junto con el isómero cis en el componente de baja temperatura 44. El separador 40 también es eficaz para separar la fracción de alquitrán 48, que puede ser recuperada de la parte inferior del separador 40 y eliminada a través de cualquier medio convencional, por ejemplo, mediante incineración.

30 El primer separador de destilación 40 puede ser una columna de destilación convencional, también denominada en la industria como una unidad de destilación o una torre de destilación. En el esquema de purificación representado en la Fig. 1, el primer separador de destilación 40 se opera a una temperatura de destilación eficaz para separar los isómeros cis y trans de 1,3-dicloro-1-propeno uno del otro. En una realización, la temperatura de destilación del primer separador de destilación 40 es una temperatura de aproximadamente 20 a aproximadamente 110° C. En otra realización, la temperatura de destilación del primer separador de destilación 40 es una temperatura de aproximadamente 50 a aproximadamente 90° C. La presión es preferiblemente un vacío de medio a profundo. Por ejemplo, en una realización, la presión para la destilación en el separador 40 es una presión de 4 a 101 kPa (aproximadamente 30 mm de Hg a aproximadamente 760 mm de Hg). En otra realización, la presión es de aproximadamente 330 a aproximadamente 370. En una realización, el primer separador de destilación 40 es una torre de destilación que tiene de aproximadamente 20 a aproximadamente 90 etapas de equilibrio. En otra realización, el primer separador de destilación 40 es una torre de destilación que tiene de aproximadamente 60 a aproximadamente 80 etapas de equilibrio. En realizaciones alternativas, el primer separador de destilación 40 puede configurarse para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

45 El isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno y las impurezas de punto de ebullición bajo presentes en la primera fracción líquida 34 se separan y se recuperan de la parte superior del primer separador de destilación 40. Tal como se utiliza en conexión con el separador 40 de esta realización, el término de "punto de ebullición bajo" se refiere a compuestos que tienen puntos de ebullición más bajos que el punto de ebullición del isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno, que tienden a separarse con el isómero cis en el primer separador de destilación 40. El componente residual de punto de ebullición alto 46 comprende el isómero trans purificado. En la realización representada en la Fig. 1, el primer separador de destilación 40 también está configurado para eliminar la fracción ligera restante de la fracción 34 a través de una segunda fracción ligera gaseosa 42 y para eliminar alquitranes de la fracción 34, ambos de los cuales se pueden tirar por cualquier medio convencional.

55 El componente de punto de ebullición bajo 44 que contiene el isómero cis recuperado del primer separador de destilación 40 a continuación se conduce al segundo separador de destilación 50, también denominado en este documento como la "columna de destilación cis" o "columna cis", que es eficaz para purificar el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno presente en el componente 44 mediante la eliminación de las impurezas de punto de ebullición medio 56 desde el fondo del separador 50 y mediante la eliminación de la tercera fracción ligera gaseosa 52 de la parte superior del separador 50, ambos de los cuales pueden ser eliminados a través de cualquier medio convencional. Tal como se utiliza en conexión con el separador 50 de esta realización, el término "impurezas de punto de ebullición medio" se refiere a compuestos que tienen puntos de ebullición más altos que el punto de ebullición del isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno, que se pueden separar del isómero cis por acumulación en el

fondo del separador 50. El cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado se recupera del segundo separador de destilación 50 en la fracción 54.

El segundo separador de destilación 50, como el separador 40, puede ser una columna de destilación convencional. En una realización, la temperatura de destilación del segundo separador de destilación 50 es una temperatura de aproximadamente 20 a aproximadamente 110° C. En otra realización, la temperatura de destilación del segundo separador de destilación 50 es una temperatura de aproximadamente 50 a aproximadamente 100° C. La presión es preferiblemente un vacío de medio a profundo. Por ejemplo, en una realización, la presión para la destilación en el separador 50 es una presión de 4 a 101 kPa (aproximadamente 30 a aproximadamente 760 mm de Hg). En otra realización, la presión es de 69 a 75 kPa (de aproximadamente 520 a aproximadamente 560 mm de Hg). En una realización, el segundo separador de destilación 50 es una torre de destilación. No hay límite en particular al número de platos teóricos de la torre de destilación usada como separador de segunda destilación 50. Sin embargo, en una realización, el separador de segunda destilación 50 es una torre de destilación que tiene de aproximadamente 20 a aproximadamente 90 etapas de equilibrio. En otra realización, el separador de segunda destilación 50 es una torre de destilación que tiene de aproximadamente 55 a aproximadamente 75 etapas de equilibrio. En realizaciones alternativas, el segundo separador de destilación 50 puede configurarse para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

El purificado trans-1,3-dicloro-1-propeno 46 y el purificado cis-1,3-dicloro-1-propeno 54 se alimentan entonces al mezclador 60, donde se mezclan en proporciones predeterminadas para proporcionar el producto 64, que es una mezcla de los isómeros cis y trans de 1,3-dicloro-1-propeno purificados que posee utilidad conocida como fumigante de suelos y nematocida. Por ejemplo, el producto 64 puede ser un producto de calidad comercial Telone II® más altamente purificado. En otras realizaciones, trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 46 y cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 54 no se mezclan, sino que se usan, se venden, se envían o almacenan por separado. Para los propósitos de la presente descripción, se ha de entender que el término "purificado" no significa que un compuesto o fracción dada esté totalmente libre de impurezas. Más bien, este término pretende referirse a un grado de pureza mayor que un material de referencia, tal como, por ejemplo, una mezcla que se alimenta a un separador de destilación.

Debido a que los alcanos clorados terciarios y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios que se encuentran comúnmente en una corriente de alimentación de Telone bruto tienen perfiles de destilación similares a cis-1,3-dicloro-1-propeno, tienden a separarse con la corriente de cis cuando se destilan sin deshidrocloración anterior. Por lo tanto, la presente solicitud también contempla la colocación de un reactor de deshidrocloración en una ubicación diferente en el proceso. Con referencia a la realización representada en la Fig. 2, por ejemplo, el reactor de deshidrocloración 120 se coloca después del separador de primera destilación 140 (es decir, después de la columna trans). Más específicamente, la corriente de alimentación 115 se alimenta al primer separador de destilación 140, que es eficaz para separar y purificar el isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno de punto de ebullición más alto mediante la eliminación de un componente de punto de ebullición bajo 144 que contiene el isómero cis y las impurezas de la parte superior del separador 140 y recuperar el trans-1,3-dicloro-1-propeno 146 purificado del separador 140 como componente de punto de ebullición alto. Los alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios presentes en la corriente de alimentación 115 se separan con el componente de isómero cis 144. En un caso en el que la corriente de alimentación 115 incluye otros componentes de punto de ebullición bajo, tales como, por ejemplo, compuestos C3 u otros componentes de bajo punto de ebullición, estos también se separan y se recuperan junto con el isómero cis en el componente de punto de ebullición bajo 144 o como primera fracción gaseosa ligera 142. El separador 140 también es eficaz para separar la fracción de alquitrán 148, que puede ser recuperada de la parte inferior del separador 140.

El primer separador de destilación 140, al igual que el separador 40 en la Fig. 1, puede ser una columna de destilación convencional, puede tener una configuración como se describió anteriormente en conexión con el separador 40, y puede ser operado a temperaturas y presiones de destilación similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 40. En realizaciones alternativas, el primer separador de destilación 140 se puede configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

Como se indicó anteriormente, el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno y las impurezas de punto de ebullición bajo, incluyendo alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios, están presentes en el componente de punto de ebullición bajo 144. Tal como se utiliza en conexión con el separador 140 de esta realización, el término "punto de ebullición bajo" se refiere a compuestos que tienen puntos de ebullición más bajos que el punto de ebullición del isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno, que tienden a separarse con la fracción del isómero cis 144 en el primer separador de destilación 140. En el componente de punto de ebullición alto 146, se incluirá el isómero trans purificado. En la realización representada en la Fig. 2, el primer separador de destilación 140 también está configurado para eliminar las fracciones ligeras restantes de la corriente de alimentación 115 por medio de la primera fracción ligera gaseosa 142 y para eliminar los alquitranes de la corriente de alimentación 115 en el separador de destilación 140.

El Componente 144, que incluye el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno y también impurezas, incluyendo alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios, se introduce en una cámara de reacción del reactor catalítico 120, donde entra en contacto con un catalizador de tipo adsorbente para convertir los alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios en el componente 144 a los correspondientes alquenos no

clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno. La reacción de los alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios se lleva a cabo a una temperatura y presión, y en condiciones similares a las descritas anteriormente en relación con reactor 20. El reactor catalítico 120 también está opcionalmente configurado para recibir una corriente de arrastre de flujo de gas 122 y para pasar el gas de arrastre a través de la cámara de reacción, eliminando de este modo los productos de reacción en fase de vapor que se producen en el reactor catalítico 120. Después del paso a través de la cámara de reacción del reactor 120, el gas de arrastre puede entonces ser procesado para eliminar el cloruro de hidrógeno y otros productos de reacción arrastrados en el mismo, y opcionalmente se puede reciclar a través de la cámara de reacción. En otras realizaciones, la corriente de flujo de gas de arrastre 122 está ausente. El efluente de la zona de reacción 124 (también denominado en este documento "mezcla de reacción de la fase 2 124") sale del reactor 120.

El efluente de la zona de reacción 124 que sale del reactor 120 incluye una cantidad reducida de alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios en comparación con el componente 144. El efluente de la zona de reacción es entonces transportado al separador de vapor y líquido y enfriador 130 para separar los componentes del efluente de la zona de reacción 124 en la primera fracción ligera gaseosa 132 y la fracción cis bruta 134, que incluye cis-1,3-dicloropropeno y las impurezas destilables.

La fracción cis cruda 134 se introduce entonces en un segundo separador de destilación 150, también denominado en este documento como la "columna de destilación cis" o "columna cis", que es eficaz para purificar el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno presente en la fracción 134 mediante la eliminación de las impurezas de punto de ebullición medio 156 de la parte inferior del separador 150 y la eliminación de la tercera fracción ligera gaseosa 152 de la parte superior del separador 150. Tal como se utiliza en conexión con el separador 150 de esta realización, el término "impurezas de punto de ebullición medio" se refiere a compuestos que tienen puntos de ebullición más altos que el punto de ebullición del isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno, que se pueden separar del isómero cis por su acumulación en el fondo del separador 150. Cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 154 se recupera del segundo separador de destilación 150.

El segundo separador de destilación 150, al igual que el separador 50 en la Fig. 1, puede ser una columna de destilación convencional, puede tener una configuración como se describió anteriormente en conexión con el separador 50, y puede ser operado a temperaturas y presiones de destilación similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 50. En realizaciones alternativas, el segundo separador de destilación 150 se puede configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

El trans-1,3-dicloro-1-propeno 146 purificado y el cis-1,3-dicloro-1-propeno 154 purificado se alimentan entonces al mezclador 160, donde se mezclan en proporciones predeterminadas para proporcionar el producto 164, tal como, por ejemplo, un producto Telone II® purificado. En otras realizaciones, el trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 146 y cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 154 no se mezclan, sino que en su lugar se usan, venden, envían o se almacenan por separado.

En los sistemas descritos anteriormente, el reactor de alcanos clorados terciarios se coloca en una corriente de flujo de proceso, ya sea antes o después de una columna trans. Una de las ventajas de los catalizadores de deshidrocloración descritos en el presente documento es que la conversión de los alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno se puede producir en fase líquida o gaseosa. Por lo tanto, son posibles varias realizaciones en las que se causa que la reacción ocurra dentro de una o más de las columnas de destilación durante el proceso de destilación. Por ejemplo, en la realización representada en la Fig. 3, el sistema 210 incluye el reactor 220 posicionado dentro del primer separador de destilación 240. En esta realización, el reactor 220 puede ser un reactor de lecho relleno o puede comprender deflectores u otras estructuras que están hechas del material catalítico y que se hallan dentro del separador de la primera destilación 240.

En el funcionamiento del sistema expuesto en la Fig. 3, la corriente de alimentación 215 se alimenta al primer separador de destilación 240 (columna trans) que tiene el reactor 220 situado en su interior. El separador 240 es eficaz para separar y purificar el isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno de punto de ebullición más alto, mientras que al mismo tiempo es eficaz para la conversión de los alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios en la corriente de alimentación 215 a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno. El componente de punto de ebullición bajo 244 que contiene el isómero cis y las impurezas, incluidos los productos recientemente generados de la reacción de deshidrocloración catalizada de los alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios en el reactor 220, se recuperan de la parte superior del separador 240 y el trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 246 se recupera del separador 240 como un componente de punto de ebullición alto. En un caso en el que la corriente de alimentación 215 incluye otros componentes de punto de ebullición bajo, tales como, por ejemplo, compuestos C3 u otros componentes de punto de ebullición bajo, estos son separados y recuperados junto con el isómero cis en el componente de punto de ebullición bajo 244. El separador 240 también es eficaz para separar la primera fracción gaseosa ligera 242 de la parte superior del separador 240 y la fracción de alquitrán 248, que puede ser recuperada de la parte inferior del separador 240.

En el esquema de purificación descrito en relación con la Fig. 3, el primer separador de destilación 240, igual que el separador 40 en la Fig. 1, puede ser similar a una columna de destilación convencional, puede tener una

configuración como se describió anteriormente en conexión con el separador 40, y puede ser operado a temperaturas y presiones de destilación similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 40, con la condición de que el separador 240 se modifique para incluir en el mismo el reactor 220, que puede comprender, por ejemplo, un lecho compacto de partículas de catalizador de tipo adsorbente o, alternativamente, placas deflectoras de materiales catalizadores de tipo adsorbente. En realizaciones alternativas, el primer separador de destilación 240 se puede configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

El isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno y las impurezas de punto de ebullición bajo, incluyendo alquenos y cloruro de hidrógeno producidos por deshidrocloración catalítica de alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios en el reactor 220, están presentes en los componente de punto de ebullición bajo 244 separados y recuperados de la parte superior del primer separador de destilación 240. Tal como se utiliza en conexión con el separador 240 de esta realización, el término "punto de ebullición bajo" se refiere a compuestos que tienen puntos de ebullición más bajos que el punto de ebullición del isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno, dichos compuestos de punto de ebullición bajo tienden a separarse con la fracción del isómero cis 244 en el primer separador de destilación 240. En el componente de punto de ebullición alto 246, se incluirá el isómero trans purificado. En la realización representada en la Fig. 3, el primer separador de destilación 240 también está configurado para eliminar fracciones ligeras de la corriente de alimentación 215 a través de la primera fracción gaseosa ligera 242 y para eliminar los alquitranes de la corriente de alimentación 215 en el separador de destilación 240.

Como se indicó anteriormente, el componente de bajo punto de ebullición 244 recuperado del separador 240 incluye el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno y también impurezas, incluyendo alquenos y cloruro de hidrógeno producidos por la deshidrocloración catalítica de los alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios en el reactor 220. El componente 244, que también se conoce como "fracción cis bruta 244", se introduce en el segundo separador de destilación 250, también denominado en este documento como la "columna cis de destilación" o "columna cis", que es eficaz para purificar el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno presente en la fracción 244 mediante la eliminación de las impurezas de punto de ebullición medio 256 de la parte inferior del separador 250 y la eliminación de la segunda fracción ligera gaseosa 252 de la parte superior del separador 250. Tal como se utiliza en conexión con el separador 250 de esta realización, el término "impurezas de punto de ebullición medio" se refiere a compuestos que tienen puntos de ebullición más altos que el punto de ebullición del isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno, dichas impurezas de punto de ebullición medio pueden ser separadas del isómero cis por la acumulación en el fondo del separador 250. Cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 254 se recupera del segundo separador de destilación 250.

El segundo separador de destilación 250, al igual que el separador 50 en la Fig. 1, puede ser una columna de destilación convencional, puede tener una configuración como se describió anteriormente en conexión con el separador 50, y puede ser operado a temperaturas y presiones de destilación similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 50. En realizaciones alternativas, el segundo separador de destilación 250 se puede configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

El trans-1,3-dicloro-1-propeno 246 purificado y el cis-1,3-dicloro-1-propeno 254 purificado se alimentan entonces al mezclador 260, donde se mezclan en proporciones predeterminadas para proporcionar el producto 264, tal como, por ejemplo, un producto Telone II® más altamente purificado. En otras realizaciones, trans-1,3-dicloro-1-propeno 246 purificado y cis-1,3-dicloro-1-propeno 254 purificado no se mezclan, sino que se usan, venden, envían o se almacenan por separado.

El sistema 210 también puede incluir un circuito de recirculación de líquido 221 opcional, como se representa en la Fig. 4, para mejorar el rendimiento de la reacción de deshidrocloración. El circuito de recirculación de líquido 221 opcional incluye el camino de flujo 223 para la extracción de una porción de la mezcla de destilación desde una posición en el separador 240 por debajo del reactor 220 y el camino de flujo 227 para el retorno de la mezcla de destilación a una posición en el separador 240 por encima del reactor 220, usando la bomba 225. El circuito de recirculación opcional, cuando está presente, proporciona una oportunidad para que cualquier alcano clorado terciario y/o impurezas de alquenos clorados terciarios que puedan haber pasado a través del reactor 220 sin ser convertidos a los correspondientes alquenos clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno pasen de nuevo a través del reactor 220, proporcionando de este modo una nueva oportunidad para la conversión por deshidrocloración, y en última instancia, aumentando la pureza del producto 264.

El sistema 310 representado en la Fig. 5 incluye el reactor 320 posicionado dentro del segundo separador de destilación 350. En esta realización, el reactor 320 puede ser un reactor de lecho relleno o puede comprender deflectores u otras estructuras que están hechas del material catalítico y que se hallen dentro del segundo separador de destilación 350.

En el funcionamiento del sistema expuesto en la Fig. 5, la corriente de alimentación 315 se alimenta al primer separador de destilación 340, que, igual que el separador 40 en la Fig. 1, puede ser una columna de destilación convencional, puede tener una configuración como se describió anteriormente en conexión con el separador 40, y puede ser operado a temperaturas y presiones de destilación similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 40. En realizaciones alternativas, el primer separador de destilación 340 se puede

configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

El primer separador de destilación 340 es eficaz para separar y purificar el isómero trans de punto de ebullición más alto de 1,3-dicloro-1-propeno mediante la eliminación de un componente de punto de ebullición bajo 344 que contiene el isómero cis y las impurezas de la parte superior del separador 340 y la recuperación del trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 346 del separador 340 como un componente de punto de ebullición alto. Los alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios presentes en la corriente de alimentación 315 se separan con el componente de isómero cis 344. En el caso en el que la corriente de alimentación 315 incluya otros componentes de punto de ebullición bajo, tales como, por ejemplo, compuestos C3 u otros componentes de bajo punto de ebullición, estos son separados y recuperados junto con el isómero cis en el componente de punto de ebullición bajo 344 o como la primera fracción gaseosa ligera 342. El separador 340 también es eficaz para separar la fracción de alquitrán 348, que puede ser recuperada de la parte inferior del separador 340.

El componente de punto de ebullición bajo 344 recuperado del separador 340, que incluye el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno y también impurezas, incluyendo alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios, se alimenta a un segundo separador de destilación 350 (columna cis), que tiene el reactor 320 situado en su interior. El separador 350 es eficaz para separar y purificar el isómero cis de punto de ebullición más bajo de 1,3-dicloro-1-propeno, mientras que al mismo tiempo convierte los alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios en el componente 344 a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno.

El cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado se separa y se recupera en el separador 350 mediante la eliminación de las impurezas de punto de ebullición medio 356 de la parte inferior del separador 350 y la eliminación de la segunda fracción ligera gaseosa 352 de la parte superior del separador 350. Los alquenos recién generados y el cloruro de hidrógeno producido por la reacción catalizada del alcano clorado terciario y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios en el reactor 320, se recuperan de la parte superior del separador 350 en la segunda fracción ligera gaseosa 352.

En el esquema de purificación descrito en relación con la fig. 5, el segundo separador de destilación 350, al igual que el separador 50 en la figura 1, puede ser una columna de destilación convencional, puede tener una configuración como se describió anteriormente en conexión con el separador 50, y puede ser operado a temperaturas de destilación y presiones similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 50, con la condición de que el separador 350 esté modificado para incluir en el mismo el reactor 320, que puede comprender, por ejemplo, un lecho compacto de partículas de catalizador de tipo adsorbente o, alternativamente, las placas deflectoras de materiales catalizadores de tipo adsorbente. En realizaciones alternativas, el primer separador de destilación 350 se puede configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

El trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 346 y el cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 354 se alimentan entonces al mezclador 360, donde se mezclan en proporciones predeterminadas para proporcionar el producto 364, tal como, por ejemplo, un producto Telone II® más altamente purificado. En otras realizaciones, el trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 346 y el cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 354 no se mezclan, pero se usan, venden, envían o se almacenan por separado.

El sistema 310 también puede incluir un bucle 321 de recirculación de líquido opcional, como se representa en la fig. 6, para mejorar el progreso de la reacción de deshidrocloración. El bucle 321 de recirculación de líquido opcional, incluye el camino de flujo 323 para la extracción de una porción de la mezcla de destilación de una posición en el separador 350 por debajo del reactor 320 y el camino de flujo 327 para el retorno de la mezcla de destilación a una posición en el separador 350 por encima del reactor 320 usando la bomba 325. El bucle de recirculación opcional, cuando está presente, proporciona una oportunidad para cualquier alcano clorado terciario y/o impurezas de alquenos clorados terciarios que puedan haber pasado a través del reactor 320 sin ser convertidos a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno de pasar de nuevo a través del reactor 320, proporcionando de este modo una nueva oportunidad para la conversión por deshidrocloración, y en última instancia, aumentando la pureza del producto 364.

Los sistemas 410 y 510 representados en las figs. 7 y 8, respectivamente, incluyen los primeros separadores de destilación 440, 540, que, al igual que el separador 40 en la fig. 1, pueden ser columnas de destilación convencionales, pueden tener configuraciones como las descritas anteriormente en conexión con el separador 40, y pueden ser operados a temperaturas de destilación similares y presiones similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 40. En otras realizaciones alternativas, los primeros separadores 440, 540 de destilación se pueden configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua. Los sistemas 410 y 510 también incluyen los segundos separadores de destilación 450, 550, que, al igual que el separador 50 en la fig. 1, pueden ser una columna de destilación convencional, pueden tener una configuración como se describió anteriormente en conexión con el separador 50, y pueden ser operados a temperaturas de destilación y presiones similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 50. En otras realizaciones alternativas, los segundos separadores 450, 550 de destilación se pueden configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua.

El sistema 410 representado en la fig. 7, incluye un circuito de reactor 421 configurado para extraer la mezcla que destila del separador 440 (columna trans), pasar la mezcla de destilación para ponerla en contacto con un catalizador de deshidrocloración, y retornar la mezcla de destilación tratada de deshidrocloración al separador 440. Más específicamente, el circuito de reactor 421 incluye una corriente de flujo 428, con la bomba 425, para la extracción de una porción de la mezcla de destilación desde el separador 440 y la alimentación de la mezcla de destilación extraída al reactor catalítico 420 que define una cámara de reacción, donde se pone en contacto con un catalizador de tipo adsorbente para convertir el alcano clorado terciario y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios en la corriente de flujo 428 a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno.

El reactor catalítico 420 también está configurado para recibir la corriente de flujo de gas de arrastre opcional 422 y para pasar un gas de arrastre a través de la cámara de reacción, eliminando de este modo los productos de reacción en fase de vapor que se producen en el reactor catalítico 420. Después del paso a través de la cámara de reacción de reactor 420, el gas de arrastre puede ser procesado para eliminar el cloruro de hidrógeno y otros productos de la reacción arrastrados en el mismo. En otras realizaciones, la corriente de flujo de gas de arrastre 422 está ausente.

El circuito del reactor 421 también incluye el camino de flujo de retorno 429 para el retorno de la mezcla de destilación tratada de deshidrocloración al separador 440 para su procesamiento posterior de destilación. Tal como se utiliza en este documento, el término "mezcla de destilación tratada por deshidrocloración" se refiere a una mezcla que se ha puesto en contacto con un catalizador de deshidrocloración como se describe en el presente documento, y que incluye una cantidad reducida de alcano clorado terciario y/o impurezas de alquenos clorados terciarios en comparación con el flujo de la corriente 428. Como resultado, la fracción cis bruta 444 que se separa y se recupera del separador 440 tiene un contenido de alcanos terciarios clorados más bajo y/o un contenido de alquenos clorados terciarios más bajo de lo que tendría en ausencia del circuito del reactor 421, y la fracción cis purificada 454 está en una forma más altamente purificada que estaría en ausencia del circuito de reactor 421.

El sistema 510 que se representa en la fig. 8, Incluye un circuito de reactor 521 configurado para extraer la mezcla de destilación del separador 550 (columna cis), poner la mezcla de destilación en contacto con un catalizador de deshidrocloración, y retornar la mezcla de destilación tratada por deshidrocloración al separador 550. Más específicamente, el circuito del reactor 521 incluye una corriente de flujo 528, con la bomba 525, para extraer una porción de la mezcla de destilación del separador 550 y alimentar la mezcla de destilación extraída al reactor catalítico 520 que define una cámara de reacción, donde se pone en contacto con un catalizador de tipo adsorbente para convertir el alcano clorado terciario y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios en la corriente de flujo 528 a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno.

El reactor catalítico 520 también está configurado para recibir la corriente de flujo de gas de arrastre opcional 522 y para pasar un gas de arrastre a través de la cámara de reacción, eliminando de este modo los productos de reacción en fase de vapor que se han producido en el reactor catalítico 520. Después del paso a través de la cámara de reacción del reactor 520, el gas de arrastre puede ser procesado para eliminar el cloruro de hidrógeno y otros productos de reacción arrastrados en el mismo. En otras realizaciones, la corriente de flujo de gas de arrastre 522 está ausente.

El circuito de reactor 521 también incluye el camino de retorno 529 para el retorno de la mezcla de destilación tratada por deshidrocloración al separador 550 para su procesamiento posterior de destilación. Tal como se utiliza aquí, el término "mezcla de destilación tratada por deshidrocloración" se refiere a una mezcla que se ha puesto en contacto con un catalizador de deshidrocloración como se describe en el presente documento, y que incluye una cantidad reducida de alcano clorado terciario y/o impurezas de alquenos clorados terciarios en comparación con la corriente de flujo 528. Como resultado, la fracción cis purificada 554 tiene un contenido de alcano clorado terciario inferior y/o un contenido de alqueno clorado terciario inferior al que tendría en ausencia del circuito de reactor 521.

En otras realizaciones, los tratamientos de deshidrocloración como se describen en este documento pueden ser utilizados en conexión con los esquemas de purificación en los que la columna cis precede a la columna trans en el proceso de destilación. Por ejemplo, con referencia a la figura 9, el sistema 610 incluye el reactor catalítico 620 y el separador de líquido y vapor y enfriador 630 similar al reactor catalítico 20 y el separador de líquido y vapor y enfriador 30 descrito anteriormente en relación con el sistema 10 representado en la fig. 1. Sin embargo, la primera fracción líquida 634 recuperada del separador de líquido y vapor y enfriador 634 no se introduce en una columna trans como es el caso de la primera fracción líquida 34 representada en la fig. 1. Más bien, la primera fracción líquida 634 se alimenta a la columna cis 650, que es eficaz para purificar el isómero cis del actual 1,3-dicloro-1-propeno presente en la primera fracción líquida 634 en la fracción 654 recuperada del separador 650, eliminando las impurezas de punto de ebullición medio 656 desde una posición inferior del separador 650, eliminando la primera fracción gaseosa ligera 652 de la parte superior del separador 650, y recogiendo la fracción bruta de trans-1,3-dicloro-1-propeno 658 desde el fondo del separador 650. Tal como se utiliza en conexión con esta realización, el término "impurezas de punto de ebullición medio" se refiere a compuestos que tienen puntos de ebullición más altos que el punto de ebullición del isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno y más bajo que el punto de ebullición del isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno, que se pueden separar de los isómeros cis y trans desde una posición más baja del separador 650. En una realización, la columna cis 650 se hace funcionar a una temperatura ligeramente por debajo del punto de ebullición del isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno y por encima del punto de ebullición del isómero

cis de 1,3-dicloro-1-propeno.

La fracción en bruto de trans-1,3-dicloro-1-propeno 658 se introduce en la columna trans 640, que es eficaz para separar y purificar el isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno de punto de ebullición más alto mediante la eliminación de un componente ligero de punto de ebullición medio 642 que contiene impurezas desde la parte superior de la columna trans 640 y recuperar el trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 646 de la columna 640 como un componente de punto de ebullición alto. La columna 640 también separa la fracción de alquitrán 648, que puede ser recuperada de la parte inferior de la columna 640.

El trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 646 y el cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 654 purificado se alimentan entonces al mezclador 660, donde se mezclan en proporciones predeterminadas para proporcionar el producto 664, tal como, por ejemplo, un producto Telone II® más altamente purificado. En otras realizaciones, el trans-1,3-dicloro-1-propeno purificado 646 y el cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 654 no se mezclan, sino que se usan, venden, envían o se almacenan por separado.

En aún otras realizaciones, los tratamientos de deshidrocloración como se describen en este documento pueden ser utilizados en conexión con los esquemas de purificación en los que los procesos de destilación cis y trans se llevan a cabo en una sola columna de pared divisoria. Por ejemplo, con referencia a la Fig. 10, el sistema 710 representa un sistema en el que la deshidrocloración se lleva a cabo antes de la destilación en la columna de destilación de pared divisoria 771. En el sistema 710, la corriente de alimentación 715 se alimenta al reactor catalítico 720 que define una cámara de reacción, donde se pone en contacto con un catalizador de tipo adsorbente para convertir los alcanos terciarios clorado y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios en la corriente de alimentación 715 a los correspondientes alquenos no clorados o alquenos menos clorados y cloruro de hidrógeno. La reacción de los alcanos clorados terciarios y/o alquenos clorados terciarios se lleva a cabo a una temperatura y presión, y en condiciones similares a las descritas anteriormente en relación con el reactor 20 de la Fig. 1. El reactor catalítico 720 también está configurado para recibir una corriente de flujo de gas de arrastre opcional 722 y para pasar el gas de arrastre a través de la cámara de reacción, eliminando de este modo productos de reacción en fase de vapor que se producen en el reactor catalítico 720. Después del paso a través de la cámara de reacción del reactor 720, el gas de arrastre puede ser procesado para eliminar el cloruro de hidrógeno y otros productos de reacción arrastrados en el mismo. En otras realizaciones, la corriente de flujo de gas de arrastre 722 está ausente.

El efluente de la zona de reacción 724 (también denominado en este documento "mezcla de reacción de la fase 724"), que sale del reactor 720, incluye una cantidad reducida de alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios en comparación con la corriente de alimentación del componente 715. El efluente de la zona de reacción es después conducido al separador de líquido y vapor y enfriador 730 para separar los componentes del efluente de la zona de reacción 724 en la primera fracción ligera gaseosa 732 y la mezcla de alimentación de la destilación 734, que incluye cis- y trans-1,3-dicloropropeno y las impurezas destilables.

La mezcla de alimentación de la destilación 734 se introduce en la columna de destilación de pared divisoria 770. La columna 770 puede ser de un tipo conocido y comercialmente disponible para los expertos ordinarios en la técnica. Brevemente, la columna 770 incluye una barrera interna 771 que divide la columna en dos cámaras de destilación. La columna 770 es eficaz para la separación de la mezcla de alimentación de destilación 734 en múltiples fracciones. Específicamente con referencia al sistema 710, la columna 770 es eficaz para separar la mezcla de alimentación de destilación 734 en la fracción cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada 774 y la fracción trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada 779, mientras que separa la misma de la segunda fracción ligera 772, la fracción de impurezas de punto de ebullición medio 776 y la fracción de alquitranes 778. La segunda fracción ligera 772, fracción de impurezas de punto de ebullición medio 776 y fracción de alquitranes 778 se pueden eliminar por cualquier medio convencional.

Las fracciones purificadas trans-1,3-dicloro-1-propeno 779 y cis-1,3-dicloro-1-propeno 774 se alimentan después al mezclador 760, donde se mezclan en proporciones predeterminadas para proporcionar un producto final purificado 764 que es útil como un pesticida, tal como, por ejemplo, un producto Telone II® purificado. En otras realizaciones, la fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada 779 y la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada 774 no se mezclan, sino que se usan, venden, envían o se almacenan por separado.

La Fig. 11 representa otra realización en la que se utiliza una columna de pared divisoria única; sin embargo, en el sistema 810, la deshidrocloración se lleva a cabo después de la destilación en la columna de la pared divisoria. Debido a que los alcanos clorado terciarios y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios tienden a separarse con la fracción cis, esta realización dispone del tratamiento de deshidrocloración de la fracción cis después de la separación en la columna de pared divisoria 870. Más específicamente, la corriente de alimentación 815 se introduce a la columna de destilación de pared divisoria 870, que es eficaz para dividir la corriente de alimentación 815 en la fracción 874, que incluye cis-1,3-dicloro-1-propeno y los alcanos clorados terciarios y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios, y la fracción trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada 879. Las fracciones 874 y 879 son así separadas de la primera fracción ligera 872, la fracción de impurezas de punto de ebullición medio 876 y la fracción de alquitranes 878. La columna 870, al igual que la columna 770 en la Fig. 10, incluye una barrera interna 871 que divide la columna en dos cámaras de destilación, puede tener una configuración como se describió anteriormente en relación con la columna 770, y puede ser operada a temperaturas de destilación similares y

presiones similares a como se ha descrito anteriormente en relación con la columna 770. En realizaciones alternativas, la columna de pared divisoria 870 se puede configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o un sistema de destilación continua. La segunda fracción ligera 872, la fracción de impurezas de punto de ebullición medio 876 y la fracción de alquitranes 878 se pueden eliminar por cualquier medio convencional.

Como se indicó anteriormente, los alcanos clorados terciarios y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios presentes en la corriente de alimentación 815 se separan con el isómero cis en la fracción 874. La fracción 874 se introduce en una cámara de reacción de reactor catalítico 820, donde entra en contacto con un catalizador de tipo adsorbente para convertir los alcanos clorados terciarios y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios en la fracción 874 a los correspondientes alquenos no clorados o menos clorados y cloruro de hidrógeno. La reacción de los alcanos clorados terciarios y/o las impurezas de alquenos clorados terciarios se lleva a cabo a una temperatura y presión, y en condiciones similares a las descritas anteriormente en relación con el reactor 20. El reactor catalítico 820 también está configurado para recibir una corriente de flujo de gas de arrastre opcional 822 y para pasar el gas de arrastre a través de la cámara de reacción, eliminando de este modo productos de reacción en fase de vapor que se producen en el reactor catalítico 820. Después del paso a través de la cámara de reacción del reactor 820, el gas de arrastre puede ser procesado para eliminar el cloruro de hidrógeno y otros productos de reacción arrastrados en el mismo. El efluente de la zona de reacción 824 (también denominado en este documento "mezcla de reacción de fase 2 824") que sale del reactor 820 incluye una cantidad reducida de alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios en comparación con la fracción 874. El efluente de la zona de reacción 824 es entonces transportado al separador de líquido y vapor y enfriador 830 para separar el efluente de la zona de reacción 824 en la primera fracción ligera gaseosos 832 y la fracción bruta de cis 834, que incluye cis-1,3-dicloropropeno y las impurezas destilables.

La fracción bruta de cis 834 se introduce en el segundo separador de destilación 880 también denominado en este documento como la "columna ligera", que es eficaz para purificar el isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno presente en la fracción 834 mediante la eliminación de impurezas de punto de ebullición medio 888 desde el fondo del separador 880 y eliminar la tercera fracción gaseosa ligera 882 de la parte superior del separador 880. Tal como se utiliza en conexión con el separador 880 de esta realización, el término "impurezas de punto de ebullición medio" se refiere a compuestos que tienen puntos de ebullición más altos que el punto de ebullición del isómero cis de 1,3-dicloro-1-propeno, que se pueden separar a partir del isómero cis por la acumulación en el fondo del separador 880. El cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado 884 se recupera del segundo separador de destilación 880.

El segundo separador de destilación 880, al igual que el separador 50 de la Fig. 1, puede ser una columna de destilación convencional, puede tener una configuración como se describió anteriormente en conexión con el separador 50 y puede ser operado a temperaturas de destilación similares y presiones similares como se ha descrito anteriormente en relación con el separador 50. En realizaciones alternativas, el segundo separador de destilación 880 se puede configurar para su uso en un sistema de destilación por lotes o en un sistema de destilación continua.

La fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada 879 y la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno 884 purificada se alimentan entonces al mezclador 860, donde se mezclan en proporciones predeterminadas para proporcionar el producto purificado 864, tal como, por ejemplo, un producto Telone II® más altamente purificado. En otras realizaciones, la fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada 879 y la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada 884 no se mezclan, sino que se usan, venden, envían o se almacenan por separado.

Por los procedimientos descritos en el presente documento, tanto el isómero cis como el isómero trans de 1,3-dicloro-1-propeno pueden obtenerse con niveles de pureza elevados, tales como, por ejemplo, a niveles de pureza de al menos 98%, más preferiblemente al menos 99%. Específicamente, la impureza de 2-cloro-2-metilpentano comúnmente presente en Telone bruto se puede reducir a un nivel inferior a 1.000 ppm, la impureza de 2-cloro-2,3-dimetilbutano comúnmente presente en Telone bruto se puede reducir a un nivel por debajo de 1000 ppm y la impureza de 4-cloro-4-metil-1-penteno comúnmente presente en Telone bruto pueden ser reducida a niveles por debajo de 1000 ppm. De hecho, los niveles de impurezas se pueden reducir a menor de 1000 ppm usando técnicas descritas en este documento de manera significativa. El isómero cis y el isómero trans obtenidos mediante los procesos descritos en este documento se pueden utilizar, por ejemplo, como fumigantes del suelo para el control de nematodos.

Además de las realizaciones representadas en las Figs. 1-11, La presente solicitud contempla que los procesos unitarios adicionales se pueden añadir al sistema como se le ocurriría a un experto en la técnica. Por ejemplo y sin limitación, cuando la corriente de alimentación 15, 115, 215, 315, 415, 515, 615, 715, 815 comprende Telone bruto o una mezcla de compuestos parecida, puede ser deseable someter la corriente de alimentación a un tratamiento de cloración antes de la alimentación de la corriente de alimentación en una columna de destilación o reactor según las diversas realizaciones. Fases de tratamiento opcionales adicionales pueden incluir, por ejemplo, un tratamiento primario de eliminación de alquitran, que se puede realizar ya sea antes o después del tratamiento catalítico de deshidrocloración, pero preferiblemente antes del tratamiento de destilación; y/o un tratamiento de eliminación de dicloruro de propano y un tratamiento de purificación, que tiene lugar preferiblemente antes del tratamiento de deshidrocloración catalítico y antes del tratamiento de destilación.

Es bien sabido que antes de que un pesticida pueda ser usado o vendido comercialmente, tales plaguicidas se

someten a largos procesos de evaluación por diversas autoridades gubernamentales (local, regional, estatal, nacional, internacional). Los requisitos de datos voluminosos son especificados por las autoridades reguladoras y deben abordarse mediante la generación de datos y la presentación por parte del solicitante del registro de producto o por otro en nombre del solicitante de registro del producto. Estas autoridades gubernamentales revisan dichos datos y si se concluye una determinación de seguridad, ofrecen al usuario potencial o vendedor la aprobación de registro del producto. A partir de entonces, en esa localidad donde el registro del producto es concedido y apoyado, dicho usuario o vendedor puede utilizar o vender tales plaguicidas. En otro aspecto de la presente solicitud, por lo tanto, se proporciona un proceso que incluye el envío de datos a una autoridad gubernamental con el fin de obtener la aprobación de registro del producto para un producto que comprende una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada hecha en concordancia con los procesos de la presente solicitud, una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada hecha de acuerdo con los procesos de la presente solicitud o una mezcla purificada de 1,3-dicloro-1-propeno hecha de acuerdo con los procesos de la presente solicitud.

También se visualizan muchos otros aspectos y realizaciones. Por ejemplo, como una observación de clausura, los diversos procesos de las Figs. 1-11 se han descrito en particular con respecto a los procesos para la eliminación de alcanos clorados terciarios y/o impurezas de alquenos clorados terciarios de una corriente de alimentación que incluye 1,3-dicloro-1-propeno como componente principal. Los expertos en la técnica apreciarán fácilmente sin embargo que los procesos de las Figs. 1-11 y los conceptos en ellas contenidos son más ampliamente aplicables a la eliminación de impurezas de hidrocarburos halogenados terciarios a partir de una amplia variedad de compuestos de hidrocarburos, y son especialmente aplicables a la eliminación de impurezas de hidrocarburos halogenados terciarios de otros hidrocarburos halogenados y/o de hidrocarburos con puntos de ebullición similares a (por ejemplo, dentro de aproximadamente 5° C) de una o más de las impurezas de hidrocarburos halogenados terciarios. Debido a que las reacciones de deshidrohalogenación catalizadas descritas en este documento son selectivas para hidrocarburos halogenados terciarios que tienen un hidrógeno en beta, los métodos y sistemas descritos en este documento se prestan bien a la eliminación selectiva de hidrocarburos halogenados terciarios de otros hidrocarburos halogenados.

Como se apreciará por un experto en la técnica a la vista de las descripciones anteriores, en un aspecto de la presente solicitud, se proporciona un método para eliminar una impureza de un hidrocarburo clorado terciario a partir de 1,3-dicloro-1-propeno que incluye: (1) proporcionar una primera mezcla que comprende 1,3-dicloro-1-propeno y una impureza de hidrocarburo clorado terciario; (2) poner en contacto la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario con un catalizador de deshidrocloración eficaz para catalizar una conversión de la impureza de hidrocarburo clorado terciario a un hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado correspondiente y cloruro de hidrógeno; y (3) destilar el 1,3-dicloro-1-propeno para separar y recuperar una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada. La fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada y la fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada pueden entonces opcionalmente ser mezcladas en una proporción predeterminada para proporcionar una mezcla de 1,3-dicloro-1-propeno purificada. En una realización, la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario se pone en contacto con un catalizador de deshidrocloración, por medio de un reactor que define una zona de reacción que contiene el catalizador y la alimentación de la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario a la zona de reacción en contacto con el catalizador. En otra realización, una corriente de gas de arrastre también se pasa a través de la zona de reacción. El hidrocarburo clorado terciario puede ser, por ejemplo, un alcano clorado terciario que tiene un hidrógeno en beta o un alqueno clorado terciario que tiene un hidrógeno en beta. El catalizador de deshidrocloración puede ser, por ejemplo, alúmina activada, alúmina sinterizada, arcilla activada, sílice pirolizada o gel de sílice, o silicato de magnesio. Alternativamente, el catalizador de deshidrocloración puede ser, por ejemplo, TiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , AlPO_4 o $\text{Al}_x\text{Si}_y\text{O}_z$, o uno de estos materiales dopados con un metal.

Una realización comprende: poner en contacto primero la primera mezcla que contiene el hidrocarburo clorado terciario con el catalizador de deshidrocloración para producir una segunda mezcla que comprende 1,3-dicloro-1-propeno y el correspondiente hidrocarburo no saturado, no clorado o menos clorado; y luego destilar la segunda mezcla para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada. La destilación puede incluir, por ejemplo: (1) alimentar la segunda mezcla en un primer separador de destilación; (2) recuperar del primer separador de destilación la fracción purificada de trans-1,3-dicloro-1-propeno, una fracción cis en bruto, una segunda fracción ligera y una fracción de alquitranes; (3) alimentar la fracción cis en bruto a un segundo separador de destilación; y (4) recuperar del segundo separador de destilación la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada, una tercera fracción ligera y una fracción de impurezas de punto de ebullición medio. En otro ejemplo, la destilación incluye: (1) alimentar la segunda mezcla a un primer separador de destilación; (2) recuperar del primer separador de destilación la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada, una fracción en bruto de trans-1,3-dicloro-1-propeno, una segunda fracción ligera y una fracción de impurezas de punto de ebullición medio; (3) alimentar la fracción en bruto de trans-1,3-dicloro-1-propeno a un segundo separador de destilación; y (4) recuperar del segundo separador de destilación la fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada, una tercera fracción ligera y una fracción de alquitranes. En este ejemplo, el segundo separador de destilación también es eficaz para separar compuestos de punto de ebullición medio en la fracción en bruto de trans-1,3-dicloro-1-propeno en la tercera fracción ligera. En otro ejemplo, la destilación incluye: (1) alimentar la segunda mezcla en un primer separador de destilación de columna dividida; y (2) recuperar del separador la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada, la fracción de trans purificada, una segunda fracción ligera, una fracción de

impurezas de punto de ebullición medio y una fracción de alquitranes.

En aún otra realización, el método incluye: (1) destilar la primera mezcla que contiene el hidrocarburo clorado terciario para producir una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno, la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno incluye las impurezas de hidrocarburos clorados terciarios; (2) poner en contacto la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno que contiene el hidrocarburo clorado terciario con el catalizador de deshidrocloración para producir una segunda mezcla (mezcla de fase 2) que comprende cis-1,3-dicloro-1-propeno y el correspondiente hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado; y (3) destilar la segunda mezcla para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada. En un ejemplo, la destilación de la primera mezcla que contiene el hidrocarburo clorado terciario comprende alimentar la primera mezcla en un separador de columna de destilación de pared divisoria y la recuperación del separador de columna de destilación de pared divisoria de la fracción purificada de cis-1,3-dicloro-1-propeno, la fracción de trans purificada, una primera fracción ligera, una fracción de impurezas de punto de ebullición medio y una fracción de alquitranes; la puesta en contacto comprende alimentar la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario a un reactor que define una zona de reacción que contiene el catalizador para producir la segunda mezcla; y la destilación de la segunda mezcla comprende la alimentación de la segunda mezcla a un segundo separador y la recuperación del segundo separador de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificado, una segunda fracción ligera y una fracción de impurezas de punto de ebullición medio. El método también puede incluir, opcionalmente, pasar una corriente de gas de arrastre a través de la zona de reacción.

Una realización adicional incluye: (1) la destilación de la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario para producir una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno, la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno, incluye al menos una impureza; y (2) destilar la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno que contiene la al menos una impureza para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada. En esta realización, la destilación de la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario comprende alimentar la primera mezcla a un separador de destilación que define una cámara de destilación, dicha cámara de destilación tiene el catalizador de deshidrocloración situado en su interior. En otra variación de esta realización, el separador de destilación comprende además un circuito de recirculación configurado para extraer un fluido de la cámara de destilación en una posición por debajo del catalizador de deshidrocloración y para devolver el fluido a la cámara de destilación a una posición por encima del catalizador de deshidrocloración.

Todavía, otra realización comprende: (1) destilar la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario para producir una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción en bruto de cis-1,3-dicloro-1-propeno, la fracción en bruto de cis-1,3-dicloro-1-propeno, incluye al menos una impureza; y (2) destilar la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en bruto para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada. En esta realización, la destilación de la fracción en bruto de cis-1,3-dicloro-1-propeno comprende la alimentación de la fracción en bruto de cis-1,3-dicloro-1-propeno a un separador de destilación que define una cámara de destilación, la cámara de destilación tiene el catalizador de deshidrocloración situado en su interior. En otra variación de esta realización, el separador de destilación comprende además un circuito de recirculación configurado para extraer un fluido de la cámara de destilación en una posición por debajo del catalizador de deshidrocloración y para devolver el fluido a la cámara de destilación a una posición por encima del catalizador de deshidrocloración.

Todavía, otra realización se dirige a un método que incluye: (1) la destilación de la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario en un primer separador de destilación para producir una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción en bruto de cis-1,3-dicloro-1-propeno, la fracción en bruto de cis-1,3-dicloro-1-propeno, incluye al menos una impureza; (2) destilar la fracción en bruto de cis-1,3-dicloro-1-propeno en un segundo separador de destilación para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada; (3) extraer una porción de una mezcla de destilación del primer separador de destilación, la mezcla de destilación incluye al menos una parte de la impureza de hidrocarburo clorado terciario; (4) poner en contacto la mezcla de destilación con un catalizador de deshidrocloración eficaz para catalizar una conversión de la impureza de hidrocarburo clorado terciario en la mezcla de destilación a un hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado correspondiente y cloruro de hidrógeno, produciendo de este modo una mezcla de destilación tratada de deshidrocloración; y (5) devolver la mezcla de destilación tratada de deshidrocloración al primer separador de destilación.

Otra realización más está dirigida a un método que incluye: (1) la destilación de la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario en un primer separador de destilación para producir una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno, la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno, incluye al menos una impureza; (2) destilar la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en un segundo separador de destilación para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada; (3) extraer una porción de una mezcla de destilación del segundo separador de destilación, la mezcla de destilación incluye al menos una parte de la impureza de hidrocarburo clorado terciario; (4) poner en contacto la mezcla de destilación con un catalizador de deshidrocloración eficaz para catalizar una conversión de la impureza de hidrocarburo clorado terciario en la mezcla de destilación a un hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado correspondiente y cloruro de hidrógeno, produciendo de este modo una mezcla de destilación tratada de deshidrocloración; y (5) devolver la mezcla de destilación tratada de deshidrocloración al segundo separador de destilación.

En otro aspecto de la presente solicitud, se proporciona un método para eliminar una impureza de hidrocarburo halogenado terciario de un hidrocarburo halogenado objetivo que incluye: (1) proporcionar una primera mezcla que comprende el compuesto de hidrocarburo halogenado objetivo y una impureza de hidrocarburo halogenado terciario; (2) poner en contacto la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo halogenado terciario con un catalizador de deshidrohalogenación eficaz para catalizar una conversión de la impureza de hidrocarburo halogenado terciario en un correspondiente hidrocarburo insaturado no halogenado o menos halogenado y halogenuro de hidrógeno, proporcionando de este modo una mezcla modificada, comprendiendo el catalizador deshidrohalogenación un adsorbente que incluye óxido de silicio, óxido de aluminio o ambos, óxido de silicio y óxido de aluminio; y (3) destilar la mezcla modificada para separar y recuperar un compuesto halogenado de hidrocarburo objetivo purificado (1) proporcionando una primera mezcla

A continuación se hará referencia a los siguientes ejemplos, que describen el trabajo experimental dirigido a la materia objeto de la presente solicitud. Se entiende que no se pretende con ello limitar el alcance de la solicitud. Los ejemplos pretenden ser ilustrativos, se proporcionan únicamente para promover una comprensión completa de los conceptos contenidos en la solicitud, y no se pretende que sean limitativos o de otra manera restrictivos en cuanto a la naturaleza y el alcance de las invenciones expuestas en el presente documento.

Ejemplos

Ejemplo uno

Experimentos por lotes

Experimento I

En una primera serie de experimentos, a temperatura ambiente, se cargaron aproximadamente 3 ml de Telone II® sobre 0,3 g de diversos catalizadores de tipo adsorbente sólido. Los viales se agitaron durante 48 horas a temperatura ambiente, después se tomaron muestras y se analizaron por cromatografía de gases con un detector de ionización de llama. Cuando se compararon con la muestra de partida de Telone II, el material que estuvo en contacto con óxido de silicio y óxido de aluminio que contenían sólidos mostró una sustancial reducción (es decir, hasta el 100%) de la concentración en alcanos clorados terciarios y alquenos clorados terciarios y un aumento de sus productos de descomposición. Los adsorbentes a base de carbono mostraron una reducción insignificante de la concentración de alcanos clorados.

Experimento II

Un segundo conjunto de ensayos por lotes se centró en los catalizadores de aluminio y óxido de silicio y se repitió el procedimiento del Experimento I. Cada vial se muestreó y las muestras fueron analizadas por cromatografía de gases con un detector de ionización de llama después de una, tres y 24 horas para entender la reacción como función del tiempo. En un seguimiento, el proceso se repitió con el catalizador utilizado y Telone II® fresco. Ambos experimentos mostraron reducciones significativas en alcanos clorados terciarios y alquenos clorados terciarios con la mayor parte de los adsorbentes de silicio y aluminio. Se descubrió que el pH del catalizador tenía un efecto sobre la velocidad de la reacción.

Experimento III

Se repitió el mismo procedimiento que en el experimento II a 60° C, pero durante un período de tiempo mucho más corto. Cada vial se muestreó y se analizó después de 15, 45 y 180 minutos. Los resultados mostraron una duplicación aproximada de la velocidad de reacción por cada aumento de 10° C.

Ejemplo dos

Pruebas del flujo de reacción

Se construyó un reactor de lecho empaquetado para probar los efectos del flujo continuo a través de un lecho de catalizador. El reactor consistía en un tubo de diámetro externo de ¼" (0,64 cm) cargado con catalizador. El exterior del tubo fue recubierto con un fluido de calentamiento recirculado proporcionando una zona de temperatura isotérmica a través del reactor. La alimentación se bombeó al reactor en modo de flujo ascendente, con la opción de añadir un flujo de gas inerte antes de entrar al reactor.

Experimento I

Se cargaron aproximadamente 3 gramos del catalizador de alúmina activada F-200 en el reactor y se alimentó Telone II® (con hidrocarburos clorados terciarios que iban desde 950 hasta 2550 ppm) a 1 ml/min. El reactor se mantuvo a 90° C sin flujo de nitrógeno. Los resultados iniciales mostraron una reducción estable de alrededor del 12 al 21% de los hidrocarburos clorados terciarios después de la reacción.

Experimento II

El reactor se cargó de nuevo con 3 gramos de de alúmina activada F-200, con una alimentación de líquido de 1 ml/min de Telone II®. Para este experimento, 10 centímetros cúbicos estándar por minuto de nitrógeno también se añadieron al reactor a 90° C. En este caso, la conversión de los hidrocarburos clorados terciarios se incrementó a de 45-55%

Experimento III

Con la misma configuración descrita en el Experimento II, la temperatura en el reactor se aumentó a 105° C, dejando el caudal del líquido a 1 ml/minuto y el caudal de gas a 10 centímetros cúbicos por segundo de nitrógeno. La conversión de los hidrocarburos clorados terciarios aumentó a de 75-95%.

Experimento IV

Se cargaron en el reactor tres gramos de gel de sílice (malla 60-200, 100 Angstrom de diámetro de poro). El flujo a través del catalizador de Telone II® fue de 1 ml/min, el nitrógeno a 10 centímetros cúbicos por segundo, la presión del reactor de 172 kPa (25 psia), y a una temperatura de reacción de 125° C. La conversión de hidrocarburo clorado terciario varió desde 52 hasta 63% de conversión en estas condiciones.

Experimento V

Los experimentos se realizaron sobre tres gramos de catalizador de alúmina sinterizada. En este caso, la alimentación se compuso de una corriente de cis-1,3-dicloropropeno de alta pureza con aproximadamente 3500 ppm de hidrocarburos clorados terciarios presentes. El caudal de alimentación del líquido fue de 0,25 ml/minuto y el caudal de nitrógeno fue de 5 centímetros cúbicos por segundo. La conversión en estado estacionario fue de aproximadamente 85% después de 6 horas en la corriente.

Ejemplo tres

Destilación y reacción en combinación

El producto Telone II® se dividió en las fracciones cis y trans y se purificó adicionalmente usando una columna de destilación a escala industrial en la planta de producción de Telone II. Puesto que productos como isómeros individuales se producen normalmente en esta columna, la única variación de la operación estándar era producir una mayor pureza por ralentización de la operación y el aumento de residuos. Los lotes de los isómeros purificados resultantes se mezclaron para producir una mezcla 50/50 a 60/40 de los isómeros cis y trans para la alimentación del reactor descrito en la sección anterior de prueba del flujo de reacción. Se variaron las condiciones del reactor (temperatura, flujo de gas de arrastre) de tal manera que las concentraciones de 2-cloro-2-metilpentano en el efluente del reactor se redujeron a menos de 1000 ppm desde 1200 a 2000 ppm. Este material se despojó de los subproductos de reacción (fracciones ligeras) en una columna de destilación por lotes de 2" de diámetro.

En la lectura de las reivindicaciones, se pretende que cuando se usan palabras como "un", "uno", "al menos uno", "al menos una porción" no hay intención de limitar la reivindicación a un solo elemento, a menos que se especifique lo contrario en la reivindicación. Además, cuando se usa el lenguaje "al menos una porción" y/o "una porción", el elemento puede incluir una porción y/o el elemento completo a menos que se indique específicamente lo contrario.

También se describen aquí los siguientes aspectos.

1. Un método para eliminar una impureza de hidrocarburo clorado terciario de 1,3-dicloro-1-propeno, que comprende:

proporcionar una primera mezcla que comprende 1,3-dicloro-1-propeno y una impureza de hidrocarburo clorado terciario seleccionado del grupo que consiste en 2-cloro-2-metilpentano, 2-cloro-2,3-dimetilbutano, 4-cloro-4-metil-1-penteno y mezclas de los mismos;

poner en contacto la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario con un catalizador de deshidrocloración eficaz para catalizar una conversión de la impureza de hidrocarburo clorado terciario al correspondiente hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado y cloruro de hidrógeno; y

destilar el 1,3-dicloro-1-propeno para separar y recuperar una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada.

2. Un método para eliminar una impureza de hidrocarburo clorado terciario de 1,3-dicloro-1-propeno, que comprende:

proporcionar una primera mezcla que comprende 1,3-dicloro-1-propeno y una impureza de hidrocarburo clorado terciario:

poner en contacto la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario con un catalizador de deshidrocloración eficaz para catalizar una conversión de la impureza de hidrocarburo clorado terciario al correspondiente hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado y cloruro de hidrógeno; y

- 5 destilar el 1,3-dicloro-1-propeno para separar y recuperar una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada.
3. El método según el aspecto 1 o el aspecto 2, en donde dicha puesta en contacto comprende alimentar la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario a un reactor que define una zona de reacción que contiene el catalizador.
- 10 4. El método según uno cualquiera de los aspectos 1 a 3, en donde la conversión se lleva a cabo a una temperatura desde 20 a 200° C y una presión desde 34 a 345 kPa (5 a 50 psia).
5. El método según el aspecto 3 o el aspecto 4, en donde la corriente de alimentación comprende una mezcla líquida a un caudal de 0 a 4000 h⁻¹ de velocidad espacial horaria de gas (GHSV) o una mezcla gaseosa que tiene un caudal de 0 a aproximadamente 4.000 de velocidad espacial horaria en peso (WHSV).
- 15 6. El método según uno cualquiera de los aspectos precedentes en donde el catalizador de deshidrocloración comprende un catalizador de deshidrohalogenación de tipo adsorbente seleccionado del grupo que consiste en alúmina activada, alúmina sinterizada, arcilla activada, sílice pirolizada, gel de sílice, silicato de magnesio, TiO₂, Al₂O₃, ZrO₂, AlPO₄ y Al_xSi_yO_z y mezclas de los mismos.
- 20 7. El método según una cualquiera de los aspectos precedentes, en el que el catalizador de deshidrocloración está dopado con un metal.
8. El método según una cualquiera de los aspectos precedentes, en donde dicho método comprende:
poner en contacto la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario con el catalizador de deshidrocloración para producir una segunda mezcla que comprende 1,3-dicloro-1-propeno y el correspondiente hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado; y
- 25 destilar la segunda mezcla para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada.
9. El método según uno cualquiera de los aspectos 1 a 7, en donde dicho método comprende:
destilar la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario para producir una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno que incluye la impureza de hidrocarburo clorado terciario;
- 30 poner en contacto la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno con el catalizador de deshidrocloración para producir una segunda mezcla que comprende cis-1,3-dicloro-1-propeno y el correspondiente hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado; y
destilar la segunda mezcla para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada.
- 35 10. El método según uno cualquiera de los aspectos 3 a 9, que además comprende hacer pasar una corriente de gas de arrastre a través de la zona de reacción.
11. El método según el aspecto 10, donde el gas de arrastre se selecciona del grupo que consiste de gas nitrógeno, gas helio, gas argón, hidrocarburos ligeros.
12. El método según uno cualquiera de los aspectos 1 a 7, en donde dicho método comprende:
- 40 destilar la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario para producir una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno, cuya fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno incluye al menos una impureza; y
destilar la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno para producir una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada;
- 45 en donde dicha destilación de la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario comprende alimentar la primera mezcla a un separador de destilación que define una cámara de destilación, dicha cámara de destilación tiene el catalizador de deshidrocloración posicionado en ella.
13. El método según una cualquiera de los aspectos 1 a 7, en donde dicho método comprende:
destilar la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario para producir una

fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en bruto, cuya fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en bruto incluye al menos una impureza; y

destilar la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en bruto para producir la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada;

5 en donde dicha destilación de la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en bruto comprende alimentar la primera mezcla al separador de destilación que define una cámara de destilación, dicha cámara de destilación tiene el catalizador de deshidrocloración posicionado en ella.

10 14. El método según el aspecto 12 o el aspecto 13, en donde el separador de destilación además comprende un bucle de recirculación configurado para extraer un fluido de la cámara de destilación en una posición por debajo del catalizador de deshidrocloración y retornar el fluido a la cámara de destilación en una posición por encima del catalizador de deshidrocloración.

15. El método según uno cualquiera de los aspectos 1 a 7, en donde dicho método comprende:

15 destilar la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo clorado terciario en un primer separador de destilación para producir una fracción de trans-1,3-dicloro-1-propeno purificada y una fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en bruto, la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en bruto incluye al menos una impureza;

destilar la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno en bruto en un segundo separador de destilación para producir la fracción de cis-1,3-dicloro-1-propeno purificada;

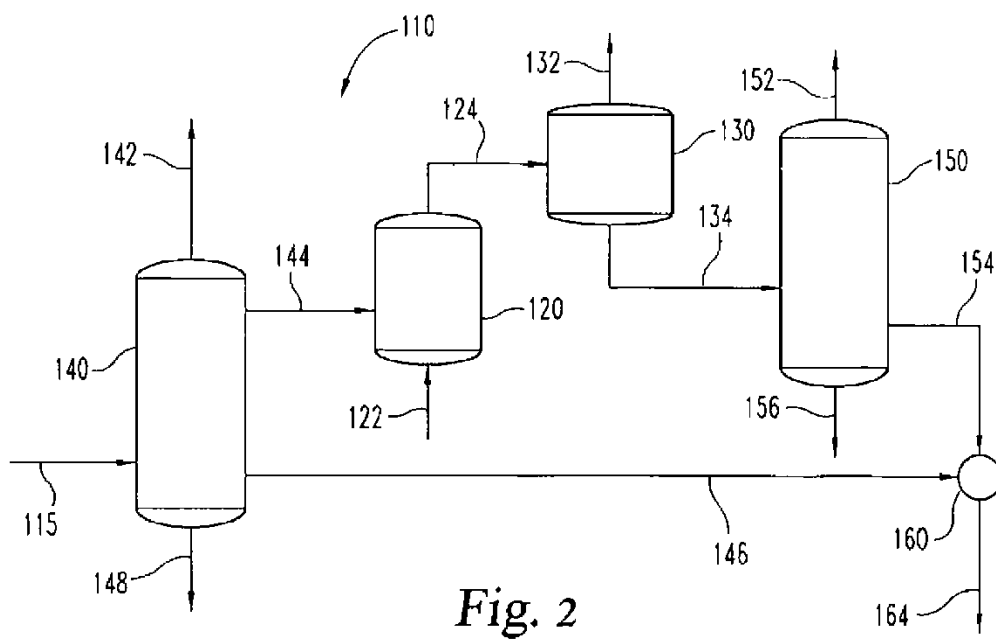
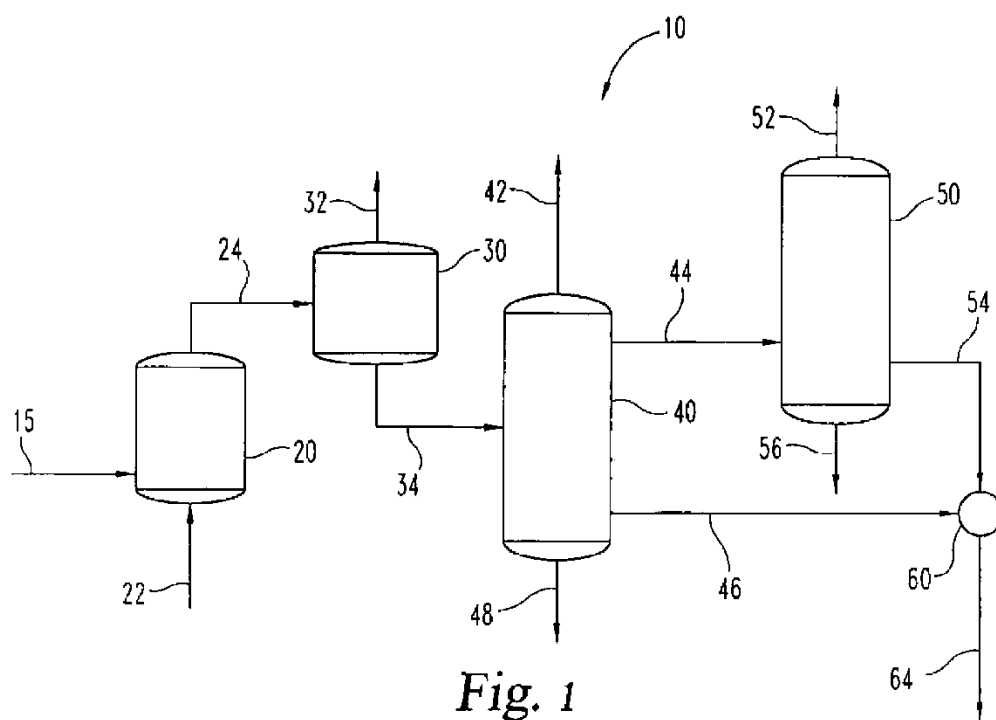
20 extraer una porción de la mezcla de destilación del primer separador de destilación o del segundo separador de destilación, la mezcla de destilación incluye al menos una porción de la impureza de hidrocarburo clorado terciario;

25 poner en contacto la mezcla de destilación con un catalizador de deshidrocloración eficaz para catalizar la conversión de la impureza de hidrocarburo clorado en la mezcla de destilación a un hidrocarburo insaturado no clorado o menos clorado y cloruro de hidrógeno, produciendo así una mezcla de destilación tratada de deshidrocloración; y

retornar la mezcla tratada de deshidrocloración al primer separador de destilación del que fue extraída.

REIVINDICACIONES

1. Un método para eliminar una impureza de hidrocarburo halogenado terciario de un compuesto de hidrocarburo halogenado objetivo, que comprende:
 - 5 proporcionar una primera mezcla que comprende el compuesto de hidrocarburo halogenado objetivo y una impureza de hidrocarburo halogenado terciario;
 - poner en contacto la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo halogenado terciario con un catalizador de deshidrohalogenación eficaz para catalizar una conversión de la impureza de hidrocarburo halogenado terciario a un hidrocarburo insaturado no halogenado o menos halogenado correspondiente y halogenuro de hidrógeno, proporcionando de este modo una mezcla modificada, comprendiendo el catalizador de deshidrohalogenación un adsorbente que incluye óxido de silicio, óxido de aluminio o ambos, óxido de silicio y óxido de aluminio; y
 - 10 destilar la mezcla modificada para separar y recuperar un compuesto halogenado de hidrocarburo objetivo purificado.
2. El método de la reivindicación 1, en el que la puesta en contacto de la primera mezcla comprende la alimentación de la primera mezcla en un separador de destilación que define una cámara de destilación, teniendo dicha cámara de destilación el catalizador de deshidrohalogenación colocado en el mismo; y en el que el separador de destilación comprende además un bucle de recirculación configurado para extraer un fluido de la cámara de destilación en una posición por debajo del catalizador de deshidrohalogenación y para devolver el fluido a la cámara de destilación en una posición por encima del catalizador de deshidrohalogenación.
- 20 3. El método de la reivindicación 1, en el que el compuesto de hidrocarburo halogenado objetivo es 1,3-dicloro-1-propeno y la primera mezcla incluye uno de 2-cloro-2-metilpentano, 2-cloro-2,3-dimetilbutano, 4-cloro-4-metil-1-penteno y mezclas de los mismos.
4. El método de la reivindicación 1, en el que la puesta en contacto con la primera mezcla comprende alimentar la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo halogenado terciario en una zona de reacción que contiene el catalizador.
- 25 5. El método de la reivindicación 4, en el que la primera mezcla que contiene la impureza de hidrocarburo halogenado terciario se alimenta a un reactor como una corriente de alimentación, y en donde la corriente de alimentación comprende una mezcla líquida que tiene un caudal de 0 a 4000 de velocidad espacial horaria en pesa (WHSV) o una mezcla gaseosa que tiene un caudal de 0 a 4000 h⁻¹ de velocidad espacial horaria de gas (GHSV).
6. El método de la reivindicación 4, que comprende además hacer pasar una corriente de gas de arrastre a través de la zona de reacción.
7. El método de la reivindicación 6, en el que el gas de arrastre se selecciona del grupo que consiste en gas nitrógeno, gas helio, gas argón e hidrocarburo ligero.
8. El método de la reivindicación 1, en el que la conversión se lleva a cabo a una temperatura de 20 a 200 ° C y a una presión de 34 a 345 kPa (5 a 50 psia).
- 35 9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones de procedimiento, donde el catalizador de deshidrohalogenación comprende un catalizador de deshidrohalogenación de tipo adsorbente seleccionado del grupo que consiste en alúmina activada, alúmina sinterizada, arcilla activada, sílice pirolizada, gel de sílice, silicato de magnesio, TiO₂, Al₂O₃, ZrO₂, AlPO₄, Al_xSi_yO_z y sus mezclas.
- 40 10. El método de cualquiera de las reivindicaciones de procedimiento en el que el catalizador de deshidrohalogenación está dopado con un metal.



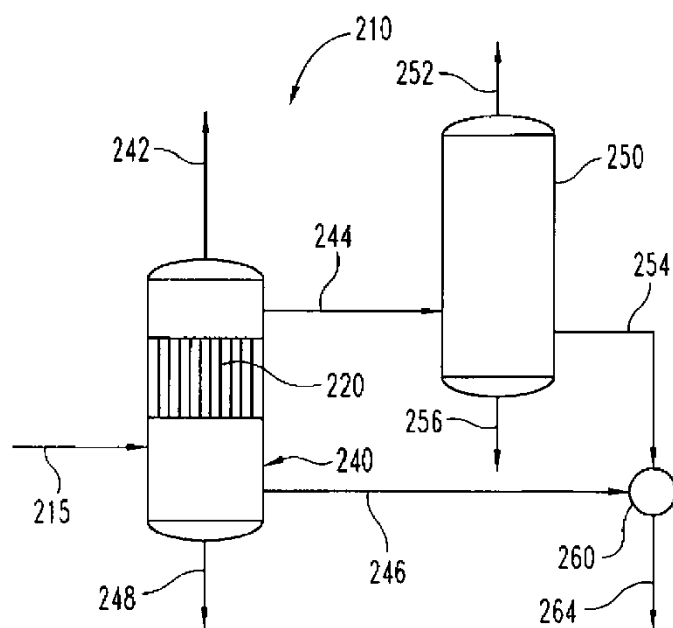


Fig. 3

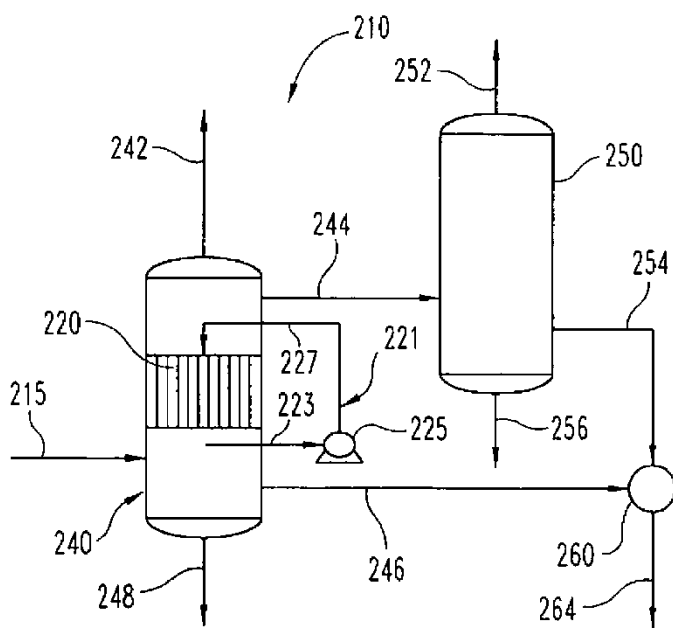


Fig. 4

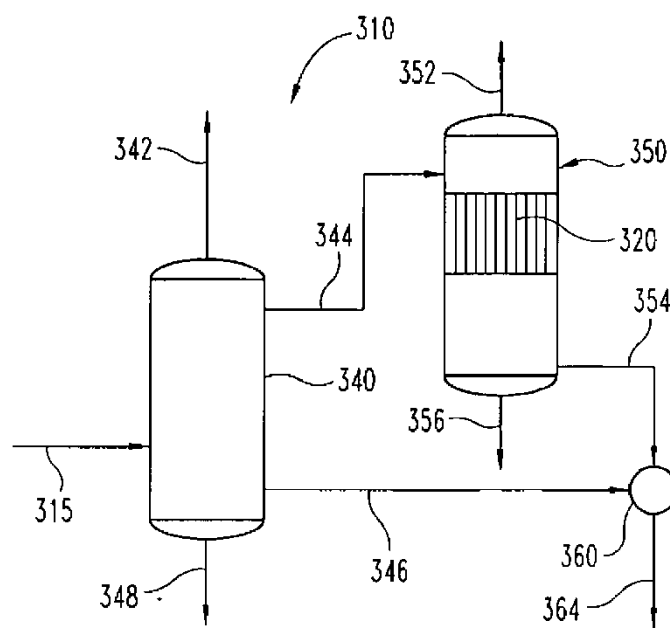


Fig. 5

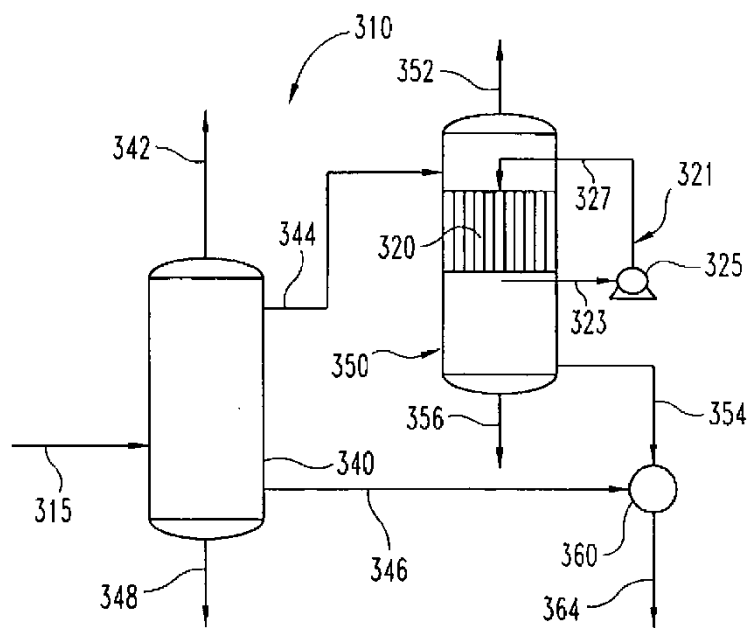


Fig. 6

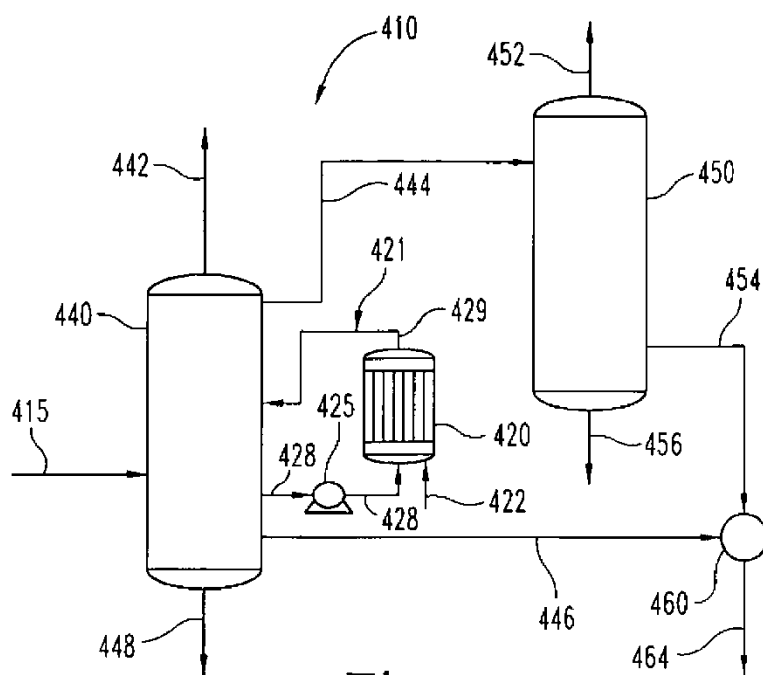


Fig. 7

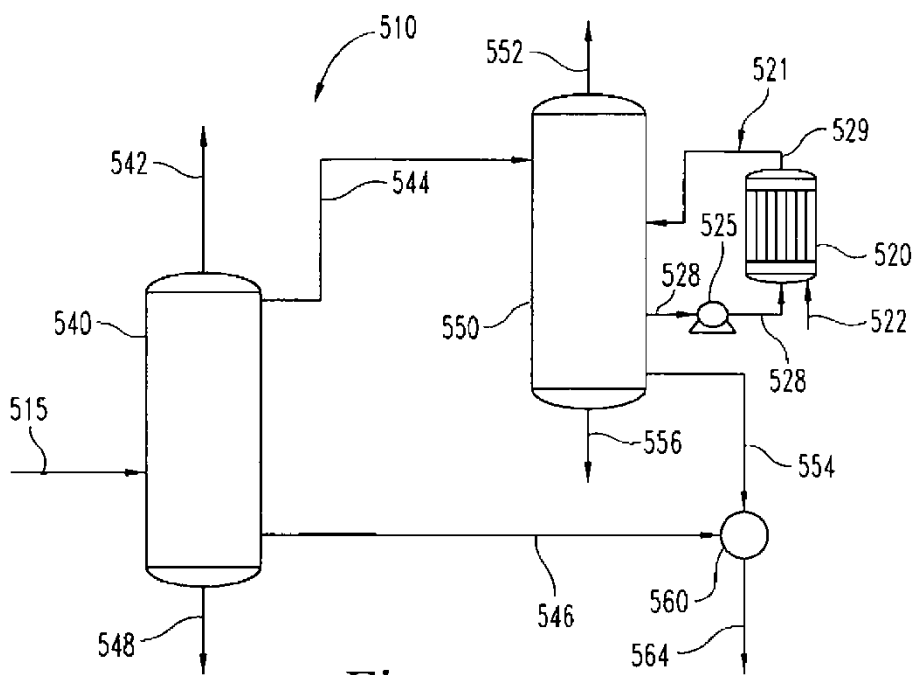


Fig. 8

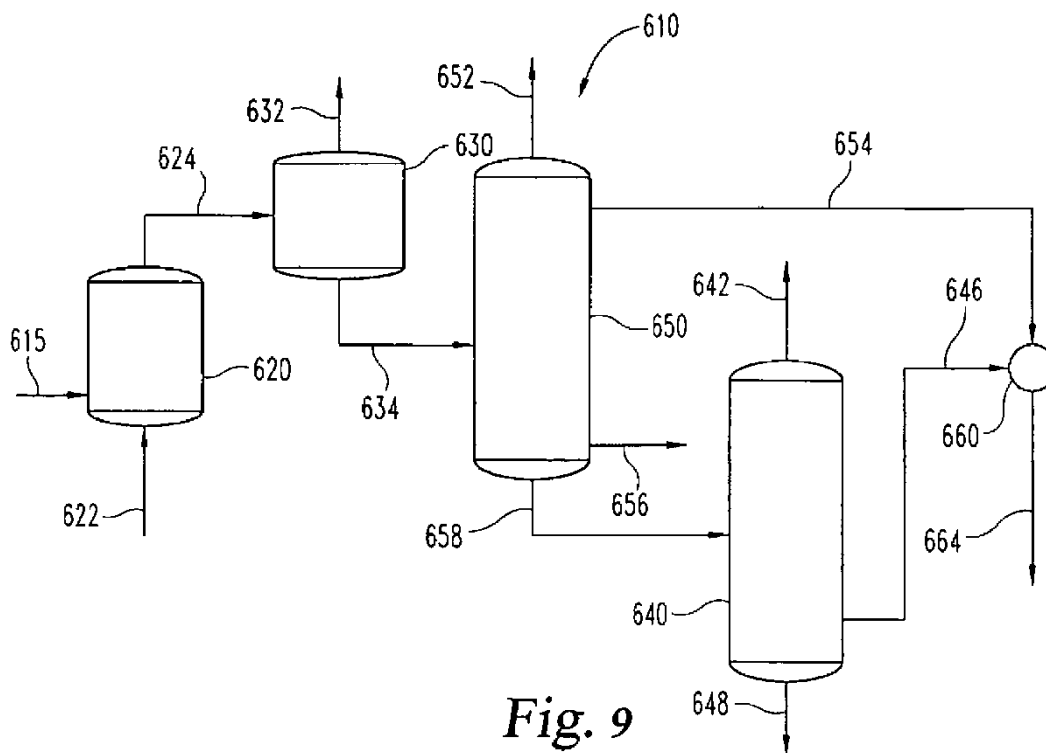


Fig. 9

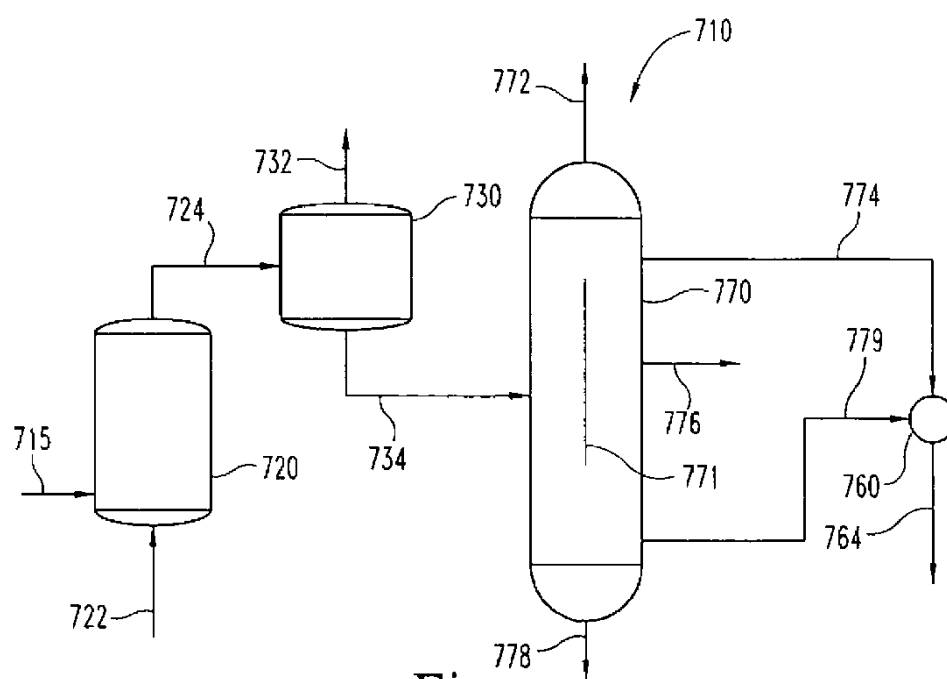


Fig. 10

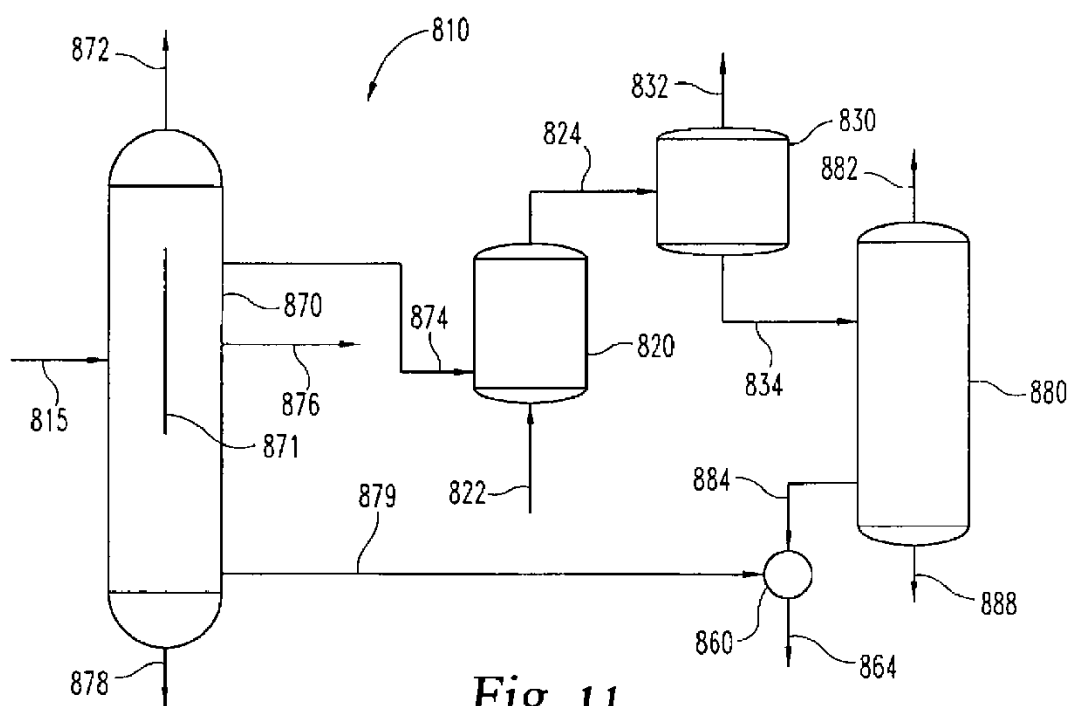


Fig. 11