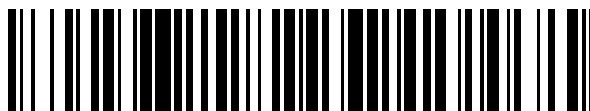


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 744 453**

51 Int. Cl.:

C07C 17/14 (2006.01)
C07C 17/10 (2006.01)
C07C 17/38 (2006.01)
C07C 51/60 (2006.01)
B01J 19/12 (2006.01)
C07C 22/04 (2006.01)
C07C 53/44 (2006.01)
C07C 17/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.09.2014 PCT/CN2014/086372**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **19.03.2015 WO15035937**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.09.2014 E 14843701 (5)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.06.2019 EP 3045440**

54 Título: **Método para la preparación de benceno sustituido con un grupo triclorometilo**

30 Prioridad:

13.09.2013 CN 201310422286
08.07.2014 CN 201420373955 U

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.02.2020

73 Titular/es:

FININGS CO. LTD (100.0%)
West of Taibo Avenue, South of Guoqiao Road,
Salt Chemical Industry District, Hongze County
Huai'an City, Jiangsu, CN

72 Inventor/es:

WANG, NONGYUE;
QU, XIONGWEI;
LI, GUOHUA;
ZHAO, QUANZHONG;
SHAO, JIANMING y
WEN, GUOQIANG

74 Agente/Representante:

VEIGA SERRANO, Mikel

ES 2 744 453 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

Método para la preparación de benceno sustituido con un grupo triclorometilo

5 **Sector de la técnica**

La presente solicitud se refiere a un método para la fotoclорación y, de forma específica, a la fotoclорación mediante una reacción fotoquímica de un compuesto aromático con cloro gaseoso para preparar un benceno sustituido con triclorometilo, y a un método de uso de bis-(triclorometil)-benceno como el benceno sustituido con triclorometilo para preparar bis-(cloroformil)-benceno por reacción adicional. A través del control de la temperatura, la iluminancia y el consumo de cloro gaseoso, el método de la presente solicitud puede mejorar en gran medida la pureza de benceno sustituido con triclorometilo y preparar además bis-(cloroformil)-benceno de calidad de polímero con un bajo coste. La presente solicitud también se refiere a un método para la purificación de benceno sustituido con triclorometilo y, de forma específica, a un método para la purificación de benceno sustituido con triclorometilo a través de destilación molecular. La presente solicitud describe además un reactor de fotoclорación para su uso en reacciones de fotoclорación (tales como las de la presente solicitud).

Estado de la técnica

Las reacciones de fotoclорación usan fotones para iniciar la clорación de radicales libres colgantes. En algunas reacciones, se usa un fotoiniciador de radicales libres solo o en combinación con un iniciador térmico de radicales libres para formar un sistema de iniciación compuesto. En ocasiones, se pueden añadir un segundo componente e incluso un tercer componente para prevenir la sustitución del cloro en el anillo de benceno como reacción secundaria. Por lo general, se usa una lámpara de mercurio como fuente de luz. Debido a que la pureza de benceno sustituido con triclorometilo no es ideal, existe una gran dificultad en el uso de esta técnica para llevar a cabo producción industrial en masa.

Los presentes inventores han reconocido que el método de preparación de benceno sustituido con triclorometilo a través de fotoclорación de la técnica anterior tiene las siguientes desventajas.

1) La reacción de fotoclорación es una reacción en cadena radicalaria y debido a las reacciones secundarias, el sitio de la clорación y la profundidad de la clорación son relativamente difíciles de controlar. Con el fin de separar los productos de fotoclорación complejos, se han tenido que llevar a cabo un gran número de operaciones de rectificación en los documentos de Patente DE3146868 y JP57-130931, que aumentan en gran medida el coste de producción de tales productos. Para prevenir la sustitución de cloro en el anillo de benceno, se añaden azufre y cloruro de acetilo en el documento de Patente US 1,345,373, se añade un carbonato de metal en el documento de Patente US 1,384,909, se añaden fósforo y azufre en el documento de Patente US 1,733,268, se añade una base orgánica en el documento de Patente US 2,034,962, se añade una amida en el documento de Patente US 2,695,873, se añaden aminas en los documentos de Patente US 2,817,632 y US 2,844,635, y se usa trifenilfosfina en el documento de Patente US 3,363,013. Estos componentes adicionales afectan de forma inevitable a la pureza y la posterior purificación del benceno sustituido con triclorometilo. Se ha informado en los documentos de Patente US 4029560 y US 4048033 que, en la clорación, el producto objetivo se usa como disolvente para inhibir la sustitución de cloro en el anillo de benceno como reacción secundaria y, por ejemplo, en la clорación de 1,3-dimetilbenceno, se usa 1,3-bis-(triclorometil)-benceno como disolvente, lo que requiere que se use de forma repetida una gran cantidad de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno. De ese modo, este método tiene un proceso complejo y un alto coste. En resumen, con el fin de conseguir la clорación de todos los átomos de hidrógeno de los grupos metilo colgantes sin la clорación de los átomos de hidrógeno del anillo de benceno en la técnica anterior, es necesario que se introduzcan múltiples componentes adyuvantes, que "contaminarán" el producto objetivo de benceno sustituido con triclorometilo y de ese modo no son adecuados para la preparación de productos de alta pureza.

2) También se requiere un iniciador de radicales libres para iniciar la reacción de fotoclорación.

Wang Lumin *et al.* (Journal of Tonghua Normal University, 2005, 26(4):46-47) han descubierto que se requiere un iniciador de radicales libres para mantener la reacción para la fotoclорación de 1,3-dimetilbenceno.

Un método de preparación de tetracloro-o-xileno a partir de o-xileno a través de fotoclорación en tres etapas de temperatura se desvela en el documento de Patente CN102211975A. En este método, la fotoclорación incluye tres etapas de temperatura de 120-125 °C, 125-130 °C y 130-135 °C, que corresponden a las cantidades de cloro introducidas de 1/3, 1/2 y 1/6 de la cantidad total de cloro, respectivamente. De forma similar, se añade peróxido de benzoílo como catalizador sensible a la luz en esta reacción. Después de que se haya completado esta reacción en las tres etapas de temperatura, el rendimiento de tetracloro-o-xileno es solo de un 65 % y el rendimiento de pentacloro-o-xileno es de un 10 %. Debido a la adición del catalizador sensible a la luz en esta reacción, la pureza del tetracloro-o-xileno solo alcanza un 90 % incluso en el caso de purificación adicional.

3) Se usa por lo general una lámpara de mercurio como fuente de luz en una reacción de fotoclорación. Sin embargo, dicha fuente de luz tiene numerosas desventajas.

Los presentes inventores han descubierto que la luz de longitud de onda corta de una lámpara de mercurio de baja presión puede resaltar otras reacciones fotoquímicas secundarias, dando como resultado una disminución de la pureza del producto, y que la luz de longitud de onda larga de una lámpara de mercurio de alta presión o presión media no es suficiente para dar lugar a una reacción radicalaria de cloro, dando como resultado un aumento del consumo de energía. Además, se genera más calor cuando se usa una lámpara de mercurio como fuente de luz; y, de ese modo, es necesario proporcionar un dispositivo de refrigeración correspondiente, haciendo complicada la estructura del reactor.

En el documento de Patente CN1948245 se desvela que se usa un diodo emisor de luz (LED) que tiene un intervalo de longitud de onda de 300 a 600 nm y un intervalo de energía de 0,1 W-1000 W como fuente de luz en una reacción de fotoclорación para producir cloruro de bencilo, donde la temperatura de reacción se mantiene a 90-150 °C. En el documento se registra que es un problema técnico que se ha de solucionar para proporcionar un método de fotoclорación con bajo consumo de energía y baja generación térmica de la fuente de luz; y la tasa de utilización de la fuente de luz se puede mejorar mediante la selección del diodo emisor de luz como fuente de luz. Aunque este documento menciona que se puede usar m-dimetilbenceno como materia prima, ninguno de los ejemplos de este documento desvela la pureza ni el rendimiento del producto.

El solicitante también ha descubierto que la iluminancia de la fuente de luz para esta reacción no se ha investigado en la técnica anterior.

Además, el bis-(triclorometil)-benceno en el benceno sustituido con triclorometilo puede reaccionar con agua o ácido ftálico para preparar un compuesto intermedio de la fibra de aramida, el bis-(cloroformil)-benceno. Para producir fibra de aramida, se necesita una alta pureza de bis-(cloroformil)-benceno como material de partida, pues de otro modo es difícil que se cumplan los requisitos especificados de calidad de la fibra de aramida. Además, el solicitante ha llevado a cabo la investigación pertinente de la purificación de bis-(triclorometil)-benceno. En los procesos convencionales, tales como destilación y rectificación a presión atmosférica, la separación y la purificación se consiguen dependiendo de los puntos de ebullición diferentes de los compuestos, y se requiere que se mantenga un entorno de alta temperatura durante un período de tiempo prolongado. En este caso, se generará polimerización parcial. De ese modo, el uso de tales procesos de purificación conduce a la formación de coque, lo que causa daño al aparato que en ese caso se necesita limpiar de forma periódica. Por otra parte, el coque es perjudicial para el medio ambiente y se necesita manipular de forma apropiada, dando como resultado un alto coste medioambiental. Para la rectificación al vacío, aunque se puede reducir la temperatura que se requiere para la separación, el material que se separa se debe mantener a un cierto nivel en una caldera para generar una diferencia de presión estática, de un modo tal que aumenta la temperatura de vaporización del material en un reactor de columna, y de ese modo, en algunos casos, puede ser difícil evitar la descomposición térmica del material. La presencia de gases inertes es beneficiosa para la rectificación del material sensible al calor, pero causa problemas en la condensación o refrigeración. Para los procesos de recristalización, se requiere el consumo de una cantidad considerable de disolvente, lo que causa la contaminación del medio ambiente, y las impurezas transportadas por el disolvente contaminan el producto.

Entre los métodos de preparación de bis-(cloroformil)-benceno de la técnica anterior, se ha usado de la forma más habitual el método de cloruro de tionilo con ácido ftálico como materiales de partida (véanse, por ejemplo, los documentos de Patente CN 102516060A, CN 102344362A). Sin embargo, en el proceso, se requiere ácido ftálico que tiene una alta pureza de un 99,99 % para obtener el bis-(cloroformil)-benceno deseado, lo que da como resultado un aumento significativo en el coste de preparación y es un proceso más difícil.

Además, el solicitante ha llevado a cabo la investigación pertinente en los aparatos para la reacción de fotoclорación. Los reactores de fotoclорación se usan ampliamente en el campo de la producción química. La mayoría de los aparatos existentes para la reacción de fotoclорación están compuestos por tres partes, un reactor, una fuente de luz, y un condensador con forma de camisa. Por ejemplo, los reactores de fotoclорación que se desvelan en los documentos de Patente CN200942338Y y CN101456788B son básicamente equivalentes y ambos incluyen una camisa de refrigeración exterior a un cilindro, un material anticorrosión que reviste el cilindro, un pulverizador, y fuentes de luz dispuestas en ángulo. Sin embargo, en los dos reactores de fotoclорación, no se consigue el aumento deseado en la intensidad e intervalo de iluminación, y existe una distribución de iluminación no uniforme en los reactores, que produce con facilidad reacciones secundarias en la fotoclорación. Además, en las soluciones tecnológicas que se desvelan, los extremos de los tubos en los que están situados las fuentes de luz se extienden a través del cilindro de reactor; de ese modo, en el proceso de producción real, cuando la temperatura de reacción es mayor, se puede causar con facilidad un calentamiento no uniforme de los tubos, lo que da como resultado el daño de los tubos.

El documento de Patente GB1483690 desvela un método para la preparación de hexacloro-xileno, que comprende la característica esencial del uso de un disolvente que está básicamente exento de agua, metales, y sales de los mismos. El documento de Patente GB 1442122 también desvela un método para la preparación de hexacloro-xileno, que comprende la característica esencial del uso de luz de una dosificación específica a una longitud de onda específica, para mejorar el cambio de color y la formación de impurezas durante la reacción.

El documento de Patente GB949574A desvela un método para la preparación de cloruro de diácido de ácido ftálico, que comprende la etapa de hacer reaccionar ácido ftálico con hexacloroxileno. El documento de Patente US4165337 desvela un método para la producción de dicloruro de isoftaloílo o dicloruro de tereftaloílo, que comprende las etapas de: 1) cloración de xileno para preparar $\alpha, \alpha, \alpha, \alpha', \alpha', \alpha'$ -hexacloro-xileno bajo la irradiación de luz en presencia de $\alpha, \alpha, \alpha, \alpha', \alpha', \alpha'$ -hexacloro-xileno como disolvente; y 2) hacer reaccionar el $\alpha, \alpha, \alpha, \alpha', \alpha', \alpha'$ -hexacloro-xileno resultante con ácido isoftálico o ácido tereftálico para preparar dicloruro de isoftaloílo o dicloruro de tereftaloílo.

Objeto de la invención

Con el fin de superar las desventajas que se ha mencionado anteriormente, los inventores han completado la presente solicitud. La presente solicitud proporciona un método para la producción de un benceno sustituido con triclorometilo de alta pureza como se menciona en las reivindicaciones anexas. El producto resultante del presente método se puede purificar con posterioridad en un procedimiento sencillo y de bajo coste, que permite que se industrialice el presente método. Además, la presente invención proporciona la preparación de bis-(cloroformil)-benceno con una alta pureza, que es útil para la producción de fibra de aramida, donde se usa una alta pureza de bis-(triclorometil)-benceno en el benceno sustituido con triclorometilo como material de partida para reaccionar con ácido ftálico al 99,5 %, y a continuación se obtiene bis-(cloroformil)-benceno con una alta pureza después de purificación tal como rectificación o destilación molecular. La presente solicitud permite que el coste de producción del bis-(cloroformil)-benceno se reduzca de forma significativa. La presente solicitud proporciona además un método para la purificación de benceno sustituido con triclorometilo, en particular bis-(triclorometil)-benceno. Además, la presente solicitud describe además un reactor de fotocloración con una intensidad y un intervalo de iluminación mejorados, y una distribución de iluminación más uniforme.

En un aspecto, la presente invención se refiere a un método fotoquímico para la preparación intermitente o continua de benceno sustituido con triclorometilo, caracterizado por que se hace reaccionar un compuesto aromático de fórmula $(X)_a C_6 H_{6-a-b} (CH_3)_b$ o un cloruro de alquilo colgante del mismo como material de partida con cloro en condiciones de iluminación para preparar benceno sustituido con triclorometilo, donde la iluminación tiene una longitud de onda de fuente de luz de 350 nm a 700 nm y una amplitud de longitud de onda de no más de 200 nm, y donde la alimentación de cloro se inicia en condiciones de una temperatura de reacción de partida de 0 °C a 85 °C y una iluminancia de partida de 2000 Lux a 55.000 Lux, para una primera etapa de reacción donde la temperatura de reacción se controla a no más de 120 °C bajo la iluminancia; y a continuación se alimenta la cantidad restante de cloro a una temperatura de reacción mayor y/o bajo una iluminancia mayor hasta que se completa la reacción; donde X es un átomo de cloro, bromo o flúor, "a" es un número entero seleccionado entre 0, 1, 2, 3, 4 y 5, "b" es un número entero seleccionado entre 1, 2, 3 y 4, y $a + b \leq 6$.

Además, cuando "a" es 0 y "b" es 2, se puede usar un bis-(triclorometil)-benceno de alta pureza que se obtiene mediante el método de la presente invención para la preparación de un bis-(cloroformil)-benceno de alta pureza. La alta pureza del bis-(cloroformil)-benceno se puede usar como material de partida de fibra de aramida. El método de la presente solicitud reduce en gran medida el coste en la preparación de bis-(cloroformil)-benceno con alta pureza.

Además, la presente solicitud se refiere a un método para la preparación de bis-(cloroformil)-benceno, que comprende las etapas de: a) preparar bis-(triclorometil)-benceno mediante cualquiera de los métodos de la presente solicitud; b) hacer reaccionar el bis-(triclorometil)-benceno de la etapa a) para preparar bis-(cloroformil)-benceno. En la etapa b), se hace reaccionar preferentemente bis-(triclorometil)-benceno con agua o ácido ftálico, más preferentemente con ácido ftálico.

En otro aspecto, la presente solicitud describe un método para la preparación de bis-(cloroformil)-benceno, que comprende hacer reaccionar bis-(triclorometil)-benceno con una pureza de más de un 99 % y preferentemente más de un 99,2 % con ácido ftálico de calidad industrial con una pureza de un 99,5 %.

En un aspecto adicional, la presente divulgación describe un método para la purificación de benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) a través de destilación molecular, que comprende las etapas de:

- (1) tratar previamente un benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) en bruto para retirar los componentes ligeros del mismo;
- (2) someter el benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) tratado previamente en la etapa (1) a separación por destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada de 75 a 135 °C y una presión absoluta de 3 Pa a 90 Pa, para dar un destilado y un residuo;
- y
- (3) recoger y opcionalmente purificar el destilado de la etapa (2), para obtener benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) purificado.

El tratamiento previo en la etapa (1) del método de destilación molecular de la presente invención es uno de evaporación de película delgada, destilación o rectificación. En una realización del método de destilación molecular de la presente invención, en la etapa (2), el residuo del destilador molecular primario se somete a una destilación

molecular secundaria o de múltiples etapas, según sea necesario, para dar destilados y residuos de las mismas; y, de forma correspondiente, en la etapa (3), los destilados de etapas de la etapa (2) se recogen y se combinan y opcionalmente se purifican, para dar benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) purificado.

5 En una realización del método de destilación molecular de la presente invención, se trata previamente el benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) usando evaporación de película delgada a una temperatura de 90 °C a 150 °C y un grado de vacío de 0,080 MPa a 0,098 MPa.

10 En otro aspecto más, la presente solicitud describe un reactor de fotocloración que comprende un cilindro de reactor (denominado simplemente cilindro) y un tubo transparente (denominados simplemente tubos) para situar una fuente de luz en el mismo, fija en el cilindro, caracterizado por que, cuando el cilindro es transparente, se dispone una capa reflectante en una pared exterior del cilindro; cuando el cilindro no es transparente, se dispone una capa reflectante en la pared interior del cilindro; cuando el tubo tiene un extremo cerrado y un extremo abierto, el extremo cerrado
15 está situado en el cilindro del reactor y extremo abierto de cara al exterior y se extiende de forma radial a través del cilindro del reactor; y cuando el tubo tiene dos extremos abiertos, ambos extremos se extienden de forma radial a través del cilindro del reactor. El reactor se puede usar en el método fotoquímico para la preparación de benceno sustituido con triclorometilo de la presente divulgación.

20 Descripción de las figuras

La Figura 1 es un cromatograma de gases del producto de reacción del ejemplo 1.

La Figura 2 es un cromatograma de gases del producto de reacción del ejemplo 9.

La Figura 3 es un cromatograma de gases del producto de reacción del ejemplo 12.

25 La Figura 4 es un cromatograma de gases del producto de reacción del ejemplo 18.

La Figura 5 es un cromatograma de gases del producto de reacción del ejemplo 21.

La Figura 6 es un cromatograma de gases del producto de reacción del ejemplo 22.

La Figura 7 es un cromatograma de gases del producto de reacción del ejemplo 27.

La Figura 8 es un diagrama esquemático de un reactor de fotocloración del ejemplo 42.

30 La Figura 9 es un diagrama esquemático de un reactor de fotocloración del ejemplo 43.

Descripción detallada de la invención

35 En los métodos existentes en la técnica anterior para la preparación de benceno sustituido con triclorometilo mediante fotocloración, además del producto objetivo, el producto resultante comprende una diversidad de productos secundarios que son difíciles de separar del producto objetivo. Se requieren múltiples operaciones de rectificación con el fin de retirar estos productos secundarios que son difíciles de separar. Esto hace que los métodos para la preparación de benceno sustituido con triclorometilo de la técnica anterior sean caros, lo que es la razón principal por la que los métodos no se usan en la industria para la producción a gran escala de bis-(triclorometil)-benceno.

40 Los inventores han descubierto a través de investigación que los productos secundarios que son difíciles de separar en los métodos de fotocloración de la técnica anterior se concentran en componentes ligeros en las operaciones de rectificación. A través de investigación, los inventores han descubierto que estos productos secundarios como componentes ligeros resultan principalmente de la cloración en el anillo de benceno, por ejemplo la monocloración
45 del anillo de benceno con tetracloración o pentacloración en los grupos metilo colgantes. Estos productos secundarios de cloración del anillo de benceno tienen puntos de ebullición que son cercanos al del bis-(triclorometil)-benceno y, de ese modo, en el proceso de separación se requieren múltiples operaciones de rectificación con un alto coste.

50 Además, los presentes inventores han descubierto de forma innovadora que en la reacción fotoquímica, los productos secundarios de la cloración de la anillo de benceno se pueden reducir en gran medida en la preparación de benceno sustituido con triclorometilo por reacción de un compuesto aromático con una cantidad controlada de cloro a ciertas temperatura e iluminancia en una primera etapa de reacción.

55 Por lo tanto, en un aspecto, la presente invención se refiere a un método fotoquímico para la preparación intermitente o continua de benceno sustituido con triclorometilo, caracterizado por que se hace reaccionar un compuesto aromático de fórmula $(X)_aC_6H_{6-a-b}(CH_3)_b$ o un cloruro de alquilo colgante del mismo como material de partida con cloro en condiciones de iluminación para preparar benceno sustituido con triclorometilo, donde la iluminación tiene una longitud de onda de fuente de luz en el intervalo de 350 nm a 700 nm y una amplitud de
60 longitud de onda de no más de 200 nm, y donde la alimentación de cloro se inicia en condiciones de una temperatura de reacción de partida en el intervalo de 0 °C a 85 °C y una iluminancia de partida en el intervalo de 2000 Lux a 55.000 Lux, para una primera etapa de reacción donde la temperatura de reacción se controla a no más de 120 °C bajo la iluminancia; y a continuación se alimenta la cantidad restante de cloro a una temperatura de reacción mayor y/o bajo una iluminancia mayor hasta que se completa la reacción; donde X es un átomo de cloro,
65 bromo o flúor, "a" es un número entero seleccionado entre 0, 1, 2, 3, 4 y 5, "b" es un número entero seleccionado entre 1, 2, 3 y 4, y $a + b \leq 6$. En un aspecto preferente del método, la fuente de luz es preferentemente una lámpara

LED.

Los presentes inventores han descubierto que es muy necesario controlar la temperatura y la iluminancia de reacción de partida en la primera etapa de reacción para la obtención de una mezcla de reacción con una alta pureza (antes de la purificación). En particular, llevando a cabo la reacción para la primera etapa de reacción siguiendo las condiciones que se han descrito anteriormente, los productos secundarios de la cloración en el anillo de benceno se pueden reducir en gran medida sin controlar de forma estricta las condiciones de reacción posteriores, siempre que la temperatura de reacción y/o la iluminancia aumenten con la profundidad de la cloración. Además, cuando las condiciones de reacción para la primera etapa de reacción se controlan de forma estricta, incluso si el producto objetivo en la mezcla de reacción tiene un bajo valor de pureza después de que se haya completado la reacción, debido a las características de este proceso, en algunas realizaciones, la mezcla de reacción de cloración con una baja pureza se puede purificar con facilidad mediante métodos convencionales, por ejemplo, una única rectificación o destilación molecular, para alcanzar una pureza de producto de más de un 99 %.

El método de la presente invención se puede llevar a cabo en un proceso intermitente o continuo. En el proceso continuo, para facilidad de operación, la temperatura, iluminancia, amplitud de longitud de onda y longitud de onda de la fuente de luz pueden variar de forma independiente en intervalos particulares.

La extensión o duración mínima de la primera etapa de reacción se puede determinar dependiendo del sistema de reacción particular mediante experimentación sencilla, de un modo tal que se controle la cantidad de impurezas en la mezcla de reacción final o la pureza del producto objetivo de benceno sustituido con triclorometilo. No existe ningún límite particular para la extensión o duración máxima de la primera etapa de reacción. En la etapa inicial de la reacción de cloración, debido a la reacción exotérmica, es necesario controlar la velocidad de alimentación de cloro de un modo tal que se mantenga la temperatura de reacción por debajo de 120 °C. Sin embargo, a medida que transcurre la reacción de cloración y aumenta la profundidad de la cloración, la velocidad de reacción en las condiciones para la primera etapa es menor, de un modo tal que es necesario aumentar la temperatura y/o la iluminancia para alcanzar una velocidad de reacción racional o económicamente factible. Por lo tanto, en el período posterior de la primera etapa de reacción, se deberían aumentar la temperatura y/o la iluminancia.

Los presentes inventores han descubierto que, en la primera etapa de reacción, es ventajoso consumir preferentemente al menos aproximadamente 1/6 de la cantidad total de cloro requerida para la reacción antes de aumentar la temperatura y la iluminancia. En algunos aspectos preferentes de la presente invención, se consume una cantidad mayor o igual que aproximadamente 1/6, 1/5, 1/4, 1/3, 2/5 o 1/2 de la cantidad total requerida de cloro para la reacción en la primera etapa de reacción antes de aumentar la temperatura y la iluminancia. En algunos aspectos preferentes de la presente invención, se consume entre aproximadamente 1/6 y 1/5, 1/6 y 1/4, 1/6 y 1/3, 1/6 y 2/5, 1/6 y 1/2, 1/5 y 1/4, 1/5 y 1/3, 1/5 y 2/5, 1/5 y 1/2, 1/4 y 1/3, 1/4 y 2/5, 1/4 y 1/2, 1/3 y 2/5, 1/3 y 1/2 o 2/5 y 1/2 de la cantidad total de cloro requerida para la reacción en la primera etapa de reacción antes de aumentar la temperatura y la iluminancia.

En algunos aspectos preferentes de la presente invención, la iluminancia en la primera etapa de reacción también se puede ajustar de forma adecuada. En algunos aspectos preferentes de la presente invención, la iluminancia en la primera etapa de reacción está preferentemente entre 2000 Lux y 10000 Lux, entre 2000 Lux y 20000 Lux, entre 2000 Lux y 30000 Lux, entre 2000 Lux y 40000 Lux, entre 2000 Lux y 50000 Lux, entre 2000 Lux y 55000 Lux, entre 5000 Lux y 10000 Lux, entre 5000 Lux y 20000 Lux, entre 5000 Lux y 30000 Lux, entre 5000 Lux y 40000 Lux, entre 5000 Lux y 50000 Lux, entre 5000 Lux y 55000 Lux, entre 10000 Lux y 20000 Lux, entre 10000 Lux y 30000 Lux, entre 10000 Lux y 40000 Lux, entre 10000 Lux y 50000 Lux, entre 10000 Lux y 55000 Lux, entre 15000 Lux y 20000 Lux, entre 15000 Lux y 30000 Lux, entre 15000 Lux y 40000 Lux, entre 15000 Lux y 50000 Lux, entre 15000 Lux y 55000 Lux, entre 20000 Lux y 25000 Lux, entre 20000 Lux y 30000 Lux, entre 20000 Lux y 35000 Lux, entre 20000 Lux y 40000 Lux, entre 20000 Lux y 45000 Lux, entre 20000 Lux y 50000 Lux, entre 20000 Lux y 55000 Lux, entre 25000 Lux y 30000 Lux, entre 25000 Lux y 35000 Lux, entre 25000 Lux y 40000 Lux, entre 25000 Lux y 45000 Lux, entre 25000 Lux y 50000 Lux, entre 25000 Lux y 55000 Lux, entre 30000 Lux y 35000 Lux, entre 30000 Lux y 40000 Lux, entre 30000 Lux y 45000 Lux, entre 30000 Lux y 50000 Lux, entre 30000 Lux y 55000 Lux, entre 35000 Lux y 40000 Lux, entre 35000 Lux y 45000 Lux, entre 35000 Lux y 50000 Lux, entre 35000 Lux y 55000 Lux, entre 40000 Lux y 45000 Lux, entre 40000 Lux y 50000 Lux, entre 40000 Lux y 55000 Lux, entre 45000 Lux y 50000 Lux, entre 45000 Lux y 55000 Lux, o entre 50000 Lux y 55000 Lux. Los inventores han descubierto que, para la presente invención, es crítico controlar que la primera etapa de reacción se lleve a cabo de la forma que se ha descrito anteriormente. Después de la primera etapa de reacción a la temperatura y la iluminancia dadas, el efecto de la temperatura, la iluminancia y la cantidad de alimentación de cloro en los resultados de la reacción está relacionado principalmente con el tiempo de reacción en las etapas de reacción posteriores tales como la segunda y tercera etapas de reacción.

En algunos aspectos preferentes de la presente invención, la temperatura de reacción en la primera etapa de reacción también se puede ajustar de forma apropiada. En algunos aspectos preferentes de la presente invención, la temperatura de reacción en la primera etapa de reacción está preferentemente entre 0 °C y 10 °C, entre 0 °C y 20 °C, entre 0 °C y 30 °C, entre 0 °C y 40 °C, entre 0 °C y 55 °C, entre 0 °C y 60 °C, entre 0 °C y 70 °C, entre 0 °C y 80 °C, entre 0 °C y 85 °C, entre 10 °C y 20 °C, entre 10 °C y 30 °C, entre 10 °C y 40 °C, entre 10 °C y 50 °C, entre

10 °C y 55 °C, entre 10 °C y 60 °C, entre 10 °C y 70 °C, entre 10 °C y 80 °C, entre 10 °C y 85 °C, entre 20 °C y 30 °C, entre 20 °C y 40 °C, entre 20 °C y 50 °C, entre 20 °C y 55 °C, entre 20 °C y 60 °C, entre 70 °C y 55 °C, entre 20 °C y 80 °C, entre 20 °C y 85 °C, entre 30 °C y 40 °C, entre 30 °C y 50 °C, entre 30 °C y 55 °C, entre 30 °C y 60 °C, entre 30 °C y 70 °C, entre 30 °C y 80 °C, entre 30 °C y 85 °C, entre 40 °C y 55 °C, entre 40 °C y 60 °C, entre 40 °C y 70 °C, entre 40 °C y 80 °C, entre 40 °C y 85 °C, entre 55 °C y 60 °C, entre 55 °C y 65 °C, entre 55 °C y 70 °C, entre 55 °C y 75 °C, entre 55 °C y 80 °C, entre 55 °C y 85 °C, entre 60 °C y 65 °C, entre 60 °C y 70 °C, entre 60 °C y 75 °C, entre 60 °C y 80 °C, entre 60 °C y 85 °C, entre 65 °C y 70 °C, entre 65 °C y 75 °C, entre 65 °C y 80 °C, entre 65 °C y 85 °C, entre 70 °C y 75 °C, entre 70 °C y 70 °C, entre 70 °C y 85 °C, entre 75 °C y 80 °C, entre 75 °C y 85 °C, o entre 80 °C y 85 °C. En algunos aspectos preferentes de la presente invención, la temperatura de reacción en la primera etapa de reacción es preferentemente de 55 °C, 60 °C, 65 °C, aproximadamente 70 °C, 75 °C, 80 °C, o de 85 °C.

Preferentemente, en otro aspecto de la presente solicitud, en el proceso que sigue a la primera etapa de reacción, se alimenta la cantidad restante de cloro a cualquier temperatura mayor que la temperatura de partida de 120 °C (preferentemente no superior a 350 °C) y cualquier iluminancia en el intervalo de 10000 Lux a 100000 Lux mayor que la de la primera etapa de reacción. El proceso que sigue a la primera etapa de reacción de acuerdo con el método de la presente solicitud puede ser una etapa de reacción individual o dividida en varias etapas de reacción tales como dos, tres, cuatro, cinco, seis, siete, ocho, nueve o diez etapas de reacción. En el proceso que sigue a la primera etapa de reacción, la iluminancia se aumenta opcionalmente cuando la temperatura aumenta en cada etapa. Los presentes inventores han descubierto que las condiciones de reacción en el proceso que sigue a la primera etapa de reacción son flexibles y se pueden seleccionar según necesidades. El ajuste de temperatura e iluminancia variables en el proceso que sigue a la primera etapa de reacción se pretende principalmente para facilitar la compleción de la reacción. Los inventores han descubierto que, basándose en el control estricto de la primera etapa de reacción de acuerdo con la presente invención, la variación en las condiciones de reacción en el proceso que sigue a la primera etapa de reacción tiene menos influencia en la pureza del producto final.

Preferentemente, el proceso que sigue a la primera etapa de reacción en la reacción de fotocloración de la presente invención se puede dividir además en una segunda y una tercera etapas de reacción. En la segunda etapa de reacción, la temperatura de reacción se controla para que esté en el intervalo de 120 a 160 °C, la iluminancia de entrada esté en el intervalo de 10000 a 70000 Lux y sea mayor que la que se usa realmente en la primera etapa de reacción, y se alimente 1/4-2/5 de la cantidad total de cloro requerida. En la tercera etapa de reacción, la temperatura se controla para que sea mayor de 160 °C (preferentemente no mayor de 350 °C), la iluminancia de entrada esté en el intervalo de 50000 a 100000 Lux, y sea mayor que la iluminancia que se usa realmente en la segunda etapa de reacción, y se alimente la cantidad restante de cloro. En la segunda y la tercera etapas de reacción, el aumento de la temperatura y el aumento de la iluminancia se pueden llevar a cabo en cualquier orden.

Para las condiciones en todas las etapas de la fotocloración de un compuesto aromático, tanto la temperatura de reacción como la iluminancia aumentan de una etapa a la etapa siguiente. Aunque existe cierta superposición en los intervalos de iluminancia entre las diversas etapas de la presente invención, los expertos en la materia pueden entender que la temperatura y la iluminancia que se usan realmente en la segunda etapa de reacción están dentro de los intervalos indicados y son mayores que las de la primera etapa de reacción; la temperatura y la iluminancia que se usan realmente en la tercera etapa de reacción están dentro de los intervalos indicados y son mayores que las de la segunda etapa de reacción, etc.

Los presentes inventores también han descubierto que es crítico para la presente invención controlar que la primera etapa de reacción se lleve a cabo de la forma que se ha descrito anteriormente. Después de la primera etapa de reacción a la temperatura y la iluminancia dadas, el efecto de la temperatura, la iluminancia y la cantidad de alimentación de cloro en los resultados de la reacción está relacionado principalmente con el tiempo de reacción en las etapas de reacción posteriores tales como la segunda y la tercera etapas de reacción. La combinación de temperatura e iluminancia variables en las etapas de reacción posteriores tales como la segunda y la tercera etapas de reacción, obviamente, puede prolongar o acortar el tiempo de reacción, después de la primera etapa de reacción, pero no cambiar de forma significativa valores tales como la pureza del producto de cloración. Por ejemplo, después de la primera etapa de reacción, cuando la temperatura en la segunda y la tercera etapas de reacción se mantiene entre 120 °C y 130 °C, incluso si la iluminancia se aumenta a 70000 Lux, la reacción no se puede llevar a cabo de forma completa; basándose en una iluminancia de 70000 Lux, cuando la temperatura se aumenta a 140 °C, la reacción se puede completar en 30 h; y cuando la temperatura se aumenta aún más a 180 °C, el tiempo de reacción se reduce de 30 h a 10 h. Además, cuando la segunda y la tercera etapas de reacción se controlan a una temperatura de 160 °C, en unas condiciones que tienen una iluminancia entre 30000 y 40000 Lux, la reacción no se puede llevar a cabo de forma completa; basándose en una temperatura de 160 °C, cuando la iluminancia se aumenta a 50000 Lux, la reacción se puede completar en 36 h; y cuando la iluminancia se aumenta aún más a 90000 Lux, el tiempo de reacción se reduce de 36 h a 10 h.

No existe ningún requisito particular para el orden de ajuste de la temperatura y la iluminancia en la segunda y la tercera etapas de reacción para la reacción de la presente invención. Por ejemplo, se puede ajustar en primer lugar la temperatura o se puede ajustar en primer lugar la iluminancia; y la alimentación de cloro se puede llevar a cabo de forma simultánea al ajuste de la temperatura o la iluminancia o se puede llevar a cabo por separado. La reacción que sigue a la primera etapa de reacción de la presente solicitud se puede llevar a cabo en unas condiciones de

alimentación de cloro a una tasa constante mientras que se aumentan de forma gradual la temperatura y la iluminancia.

5 La expresión "la alimentación de cloro se inicia" significa en el presente documento que la cantidad de cloro en el sistema de reacción se controla a no más de un 5 % de la cantidad total de cloro requerida antes de que la temperatura del sistema de reacción se ajuste en el intervalo de 0 °C-85 °C. En un estado inicial preferente, la cantidad de cloro en el sistema de reacción se controla a no más de un 4 %, 3 %, 2 %, 1 %, 0,5 % o un 0,1 % de la cantidad total de cloro requerida antes de que el sistema de reacción se ajuste en el intervalo de 0 °C-85 °C. En el estado inicial más preferente, básicamente no se alimenta ninguna cantidad de cloro y no esta contenida ninguna cantidad de cloro en el sistema de reacción antes de que la temperatura del sistema de reacción se ajuste en el intervalo de 0 °C-85 °C.

15 La expresión "cantidad total de cloro requerida por la reacción" significa en el presente documento la cantidad de cloro requerida para completar la cloración de átomos de hidrógeno en los grupos alquilo colgantes en un compuesto aromático, que es al menos una cantidad molar teórica para la cloración del compuesto aromático materia prima. Tomando el xileno como ejemplo, la cantidad total de cloro en el método de la presente invención es una cantidad molar que es aproximadamente seis veces el número de moles de xileno. La cantidad en exceso de cloro se puede determinar de forma conveniente. Preferentemente, para ahorrar tiempo de reacción, las cantidades alimentadas de cloro en las respectivas etapas en el presente documento se pueden ajustar dependiendo de los resultados de reacción monitorizados.

25 Los inventores han descubierto que el uso de una fuente de luz con una amplitud de longitud de onda particular tiene ventajas adicionales en la reducción de la cantidad de productos secundarios en la fotocloración de xileno. En algunas realizaciones, la fuente de luz que se usa en la presente solicitud es preferente una lámpara LED. La fuente de luz LED que se usa en la presente solicitud tiene una longitud de onda pico que varía de 350 nm a 700 nm, preferentemente de 350 nm a 490 nm o preferentemente de 460 nm a 490 nm; y la longitud de onda pico de la fuente de luz LED en la presente solicitud puede ser, por ejemplo, 265 nm, 280 nm, 310 nm, de 360 a 365 nm, de 365 a 370 nm, de 375 a 380 nm, de 385 a 390 nm, o de 405 a 410 nm. La amplitud de la longitud de onda de la fuente de luz LED en la presente solicitud puede ser no más de 200 nm, preferentemente no más de 100 nm, preferentemente no más de 50 nm, preferentemente no más de 30 nm, y lo más preferentemente no más de 10 nm. En la presente solicitud, la fuente de luz LED puede estar compuesta por múltiples fuentes de luz puntuales, con una potencia total de 15 W, 30 W, 45 W, 60 W, 75 W, 90 W o similar. La fuente de luz LED en la presente solicitud puede ser preferentemente una lámpara LED azul de 410-470 nm, una lámpara LED amarilla de 586-596 nm, o una lámpara LED verde de 502-574 nm. En algunas realizaciones, la fuente de luz que se usa en la presente solicitud es más preferentemente una lámpara LED azul de 460-490 nm. En algunas realizaciones, la fuente de luz que se usa en la presente solicitud tiene una amplitud de longitud de onda de no más de aproximadamente 50 nm, preferentemente entre aproximadamente 10 y aproximadamente 30 nm, más preferentemente entre aproximadamente 10 y aproximadamente 25 nm.

40 La expresión "amplitud de longitud de onda" significa en la presente solicitud el intervalo de longitud de onda en la altura media de pico de emisión de luz de la fuente de luz, no la longitud de onda de pico de la luz. Por ejemplo, una amplitud de longitud de onda de 50 nm significa que el intervalo de la longitud de onda en la altura media del pico de la emisión de luz de la fuente de luz es no más de 50 nm. La longitud de onda de pico de la fuente de luz LED en la presente solicitud puede variar de 350 nm a 700 nm y, para cualquier longitud de onda dada, la fuente de luz de la luz incidente en la presente solicitud permite que la amplitud de longitud de onda este controlada en 50 nm, por ejemplo una amplitud de longitud de onda de 50 nm para una longitud de onda de pico de 465 nm, una amplitud de longitud de onda de 50 nm para una longitud de onda de pico de 360 nm, una amplitud de longitud de onda de 50 nm para una longitud de onda de pico de 586 nm. Los presentes inventores han descubierto que la fuente de luz LED también tiene la ventaja de una menor generación de calor y, de ese modo, se puede reducir el coste del equipo de fabricación, por ejemplo, no es necesario ningún dispositivo de refrigeración adicional. Por el contrario, para la reacción de fotocloración que usa una lámpara de mercurio de alta presión como fuente de luz, se requiere el correspondiente dispositivo de refrigeración (véase, por ejemplo, el documento de Patente US5514254).

55 La iluminancia en la presente solicitud se puede determinar mediante un instrumento convencional tal como un iluminómetro de la técnica. La longitud de onda en la presente solicitud se puede determinar mediante un instrumento convencional tal como un monocromador de la técnica.

60 La expresión "cloruro de alquilo colgante" significa en la presente solicitud un compuesto en el que los átomos de hidrógeno en los grupos alquilo en el compuesto aromático no están completamente sustituidos por átomos de cloro. El producto objetivo de la reacción de fotocloración significa en la presente solicitud un producto en el que los átomos de hidrógeno en los grupos alquilo en el compuesto aromático están completamente sustituidos por átomos de cloro.

65 El benceno sustituido con triclorometilo en la presente solicitud tiene una fórmula $(X)_aC_6H_{6-a-b}(CCl_3)_b$, donde X es un átomo de cloro, bromo o flúor, "a" es un número entero seleccionado entre 0, 1, 2, 3, 4 y 5, "b" es un número entero seleccionado entre 1, 2, 3 y 4, y $a + b \leq 6$.

En el sistema de reacción de acuerdo con el método de la presente solicitud, preferentemente, no se añade ningún disolvente ni iniciador y, más preferentemente, no se añade ningún componente distinto de los reactivos. La pureza de los productos en la presente solicitud, en particular en los ejemplos, se determina de forma cuantitativa a través de cromatografía de gases (método de normalización de área) antes de que la mezcla de reacción se someta a separación. El rendimiento en la fotocloración de la presente solicitud significa una proporción en masa de benceno sustituido con triclorometilo puro convertido del benceno sustituido con triclorometilo en bruto con respecto al benceno sustituido con triclorometilo obtenible teóricamente por reacción de cloración del compuesto aromático materia prima. El rendimiento en la purificación (por ejemplo, destilación molecular o rectificación) de la presente solicitud significa el rendimiento después de la purificación.

En diversas etapas en el método de la presente solicitud, el progreso de la reacción se puede monitorizar mediante toma de muestra convencional y métodos de detección tales como cromatografía de gases, de un modo tal que los parámetros que se han descrito anteriormente se ajusten de forma adecuada, ahorrando de ese modo tiempo de reacción. La descripción con respecto a las duraciones para las tres etapas no es limitante y el tiempo de reacción en cada etapa se puede ajustar libremente dependiendo de los resultados monitorizados del progreso de la cloración. La velocidad de la alimentación de cloro en el presente documento no se limita a una tasa de alimentación particular. Cuando se usa una expresión tal como lentamente, gradualmente para describir la velocidad de alimentación de cloro, su significado no es poco claro, dado que la velocidad de la alimentación de cloro se puede ajustar por el experto en la materia dependiendo de los resultados de la monitorización de la reacción.

El producto que se prepara mediante el método de la presente solicitud tiene un valor de pureza elevado. En algunas realizaciones, se obtiene directamente una mezcla con una pureza de un 70,0 %, 71,0 %, 72,0 %, 73,0 %, 74,0 %, 75,0 %, 76,0 %, 77,0 %, 78,0 %, 79,0 %, 80,0 %, 81,0 %, 82,0 %, 83,0 %, 84,0 %, 85,0 %, 86,0 %, 87,0 %, 88,5 %, 89,0 %, 89,5 %, 90,0 %, 90,5 %, 91,0 %, 91,5 %, 92,0 %, 92,5 %, 93,0 %, 93,5 %, 94,0 %, 94,5 %, 95,0 %, 95,5 %, 96,0 %, 96,5 %, 97,0 %, 97,5 %, 98,0 %, 98,5 %, 99,0 %, 99,1 %, 99,2 %, 99,3 %, 99,4 %, 99,5 %, 99,6 %, 99,7 % o un 99,8 % después de la reacción. En algunas realizaciones, se obtiene directamente una mezcla con una pureza de más de un 90,0 %, 90,5 %, 91,0 %, 91,5 %, 92,0 %, 92,5 %, 93,0 %, 93,5 %, 94,0 %, 94,5 %, 95,0 %, 95,5 %, 96,0 %, 96,5 %, 97,0 %, 97,5 %, 98,0 %, 98,5 %, 99,0 %, 99,1 %, 99,2 %, 99,3 %, 99,4 %, 99,5 %, 99,6 %, 99,7 %, 99,8 % o un 99,9 % después de la reacción. En algunas realizaciones, preferentemente, se obtiene directamente una mezcla con una pureza de un 95,0 %, 95,5 %, 96,0 %, 96,5 %, 97,0 %, 97,5 %, 98,0 %, 98,5 %, 99,0 %, 99,1 %, 99,2 %, 99,3 %, 99,4 %, 99,5 %, 99,6 %, 99,7 %, 99,8 % o un 99,9 % después de la reacción. En algunas realizaciones, preferentemente, se obtiene directamente una mezcla con una pureza de entre un 90,0 % y un 90,5 %, entre un 90,0 % y un 91,0 %, entre un 90,0 % y un 91,5 %, entre un 90,0 % y un 92,0 %, entre un 90,0 % y un 92,5 %, entre un 90,0 % y un 93,0 %, entre un 90,0 % y un 93,5 %, entre un 90,0 % y un 94,0 %, entre un 90,0 % y un 94,5 %, entre un 90,0 % y un 95,0 %, entre un 90,0 % y un 95,5 %, entre un 90,0 % y un 96,0 %, entre un 90,0 % y un 96,5 %, entre un 90,0 % y un 97,0 %, entre un 90,0 % y un 97,5 %, entre un 90,0 % y un 98,0 %, entre un 90,0 % y un 98,5 %, entre un 90,0 % y un 99,0 %, entre un 90,0 % y un 99,1 %, entre un 90,0 % y un 99,2 %, entre un 90,0 % y un 99,3 %, entre un 90,0 % y un 99,4 %, entre un 90,0 % y un 99,5 %, entre un 90,0 % y un 99,6 %, entre un 90,0 % y un 99,7 %, entre un 90,0 % y un 99,8 %, o entre un 90,0 % y un 99,9 % después de la reacción.

El benceno sustituido con triclorometilo de la presente invención se puede purificar aún más a través de recristalización, rectificación o destilación molecular. Además, los presentes inventores también han descubierto que el benceno sustituido con triclorometilo que se obtiene por cloración es sensible al calor; y, en particular, cuando tal sustancia se calienta industrialmente durante un período de tiempo prolongado usando aparatos hechos de metal, experimenta con facilidad dimerización y se convierte en una impureza de alto punto de ebullición, reduciendo de ese modo el rendimiento total del producto objetivo. Este problema se puede solucionar convenientemente mediante la presente invención usando destilación molecular.

El método de destilación molecular de la presente invención comprende las siguientes etapas (1)-(3):

- (1) tratar previamente un benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) en bruto para retirar componentes ligeros en el mismo;
- (2) someter el benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) tratado previamente en la etapa (1) a separación por destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 75 °C y 135 °C y una presión absoluta entre 3 Pa y 90 Pa, para obtener un destilado primario y un residuo primario; y
- (3) recoger el destilado primario de la etapa (2), para obtener benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) purificado, que opcionalmente se puede purificar aún más.

El tratamiento previo de la etapa (1) del método de destilación molecular de la presente invención es uno de evaporación de película delgada, destilación o rectificación. En una realización del método de destilación molecular de la presente invención, en la etapa (2), el residuo en el destilador molecular primario se somete a una destilación molecular secundaria o de múltiples etapas, según sea necesario, para dar destilados y residuos de las mismas; y, de forma correspondiente, en la etapa (3), los destilados de las etapas de la etapa (2) se recogen y se combinan y

se purifican opcionalmente, para dar benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) purificado.

5 En una realización preferente, el método de destilación molecular de la presente invención comprende las siguientes etapas (1)-(3):

(1) tratar previamente un benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) en bruto para retirar componentes ligeros en el mismo;

10 (2) operación a): someter el benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) tratado previamente en la etapa (1) a separación mediante destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 75 °C y 135 °C y una presión absoluta entre 3 Pa y 90 Pa, para obtener un destilado primario y un residuo primario;

15 operación b): someter el destilado primario de la operación a) a una torre de destilador molecular secundario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 80 °C y 145 °C y una presión absoluta entre 3 Pa y 90 Pa para obtener un destilado secundario y un residuo secundario;

(3) recoger y combinar el destilado primario y el destilado secundario de la operación a) y la operación b) de la etapa (2) para obtener benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) purificado, que opcionalmente se puede purificar aún más.

20 En una realización del método de destilación molecular de la presente invención, el benceno sustituido con triclorometilo (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno) se trata previamente usando evaporación de película delgada a una temperatura entre 90 °C y 150 °C y un grado de vacío entre 0,080 MPa y 0,098 MPa.

25 En una realización preferente, el método de purificación mediante destilación molecular de la presente solicitud usa bis-(triclorometil)-benceno como benceno sustituido con triclorometilo, y comprende las siguientes etapas (1)-(3):

(1) tratar previamente una mezcla en bruto de bis-(triclorometil)-benceno para retirar componentes ligeros en el mismo;

30 (2) someter el bis-(triclorometil)-benceno tratado previamente en la etapa (1) a separación mediante destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 85 °C y 135 °C y una presión absoluta entre 10 Pa y 70 Pa, para obtener un destilado primario y un residuo primario; y

(3) recoger el destilado primario de la etapa (2), para obtener bis-(triclorometil)-benceno purificado, que opcionalmente se puede purificar aún más.

35 En una realización preferente, el método de purificación mediante destilación molecular de la presente solicitud usa bis-(triclorometil)-benceno como benceno sustituido con triclorometilo, y comprende las siguientes etapas (1)-(3):

(1) tratar previamente un bis-(triclorometil)-benceno en bruto para retirar componentes ligeros en el mismo;

40 (2) operación a): someter el bis-(triclorometil)-benceno tratado previamente en la etapa (1) a separación mediante destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 85 °C y 135 °C y una presión absoluta entre 10 Pa y 70 Pa, para obtener un destilado primario y un residuo primario;

45 operación b): someter el destilado primario de la operación a) a una torre de destilador molecular secundario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 95 °C y 145 °C y una presión absoluta entre 10 Pa y 70 Pa, para obtener un destilado secundario y un residuo secundario;

(3) recoger y combinar el destilado primario y el destilado secundario de la operación a) y la operación b) de la etapa (2), para obtener bis-(triclorometil)-benceno purificado, que opcionalmente se puede purificar aún más.

50 El tratamiento previo de la mezcla en bruto de bis-(triclorometil)-benceno de la etapa (1) del método de destilación molecular de bis-(triclorometil)-benceno de la presente invención es uno de evaporación de película delgada, destilación o rectificación.

55 En el método de destilación molecular de bis-(triclorometil)-benceno de la presente invención, el bis-(triclorometil)-benceno se trata previamente usando evaporación de película delgada a una temperatura controlada entre 90 °C y 150 °C y un grado de vacío entre 0,080 MPa y 0,098 MPa.

En el método de destilación molecular de la presente solicitud, el destilado de la etapa (3) se puede purificar aún más según necesidades, por ejemplo mediante destilación molecular adicional, recristalización, y similar.

60 En el método de destilación molecular de la presente solicitud, los componentes ligeros que se retiran en la etapa de tratamiento previo se pueden separar y purificar opcionalmente, y se pueden usar de forma adecuada dependiendo de la composición y la pureza de los mismos.

65 En el método de destilación molecular de la presente solicitud, el proceso de destilación molecular se consigue en un aparato de destilación molecular, y un equipo completo del aparato de destilación molecular comprende principalmente un sistema de alimentación, un destilador molecular, un sistema de recogida de destilado, un sistema

de calentamiento, un sistema de refrigeración, un sistema de vacío, y un sistema de control.

En el método de destilación de la presente solicitud, es preferente un destilador molecular de película agitada. La característica principal del destilador molecular de película agitada es que tiene un condensador incorporado y está provisto con un agitador, de un modo tal que la sustancia que se va a separar entra en el aparato de destilación molecular, se forma una película de líquido uniforme bajo la acción del agitador, y a continuación los componentes ligeros escapan directamente en estado molecular hacia el condensador incorporado en el centro y condensan en un líquido para entrar en una trampa de componentes ligeros, mientras que las fracciones pesadas entran en una trampa de fracciones pesadas a lo largo de la pared interior de un cilindro del evaporador.

En el método de destilación de la presente solicitud, la evaporación de película delgada se consigue en un aparato de destilación de película delgada de vacío.

El método de destilación molecular de la presente solicitud es aplicable para la purificación de todas las mezclas de reacción de cloración de la presente solicitud.

En algunas realizaciones, después de que se purifiquen las mezclas de reacción mediante destilación molecular o rectificación individual, se pueden obtener compuestos de benceno sustituido con triclorometilo con una pureza de un 99,0 %, 99,1 %, 99,2 %, 99,3 %, 99,4 %, 99,5 %, 99,6 %, 99,7 %, 99,8 %, 99,9 %, o un 99,95 %. Las mezclas de benceno sustituido con triclorometilo, por ejemplo mezclas de bis-(triclorometil)-benceno, que se obtienen directamente mediante el método de la presente invención comprenden pocas impurezas de bajo punto de ebullición y, de ese modo, se pueden purificar mediante destilación molecular o rectificación para obtener una alta pureza en los productos de benceno sustituido con triclorometilo. También se pueden purificar por recristalización para obtener compuestos de benceno sustituido con triclorometilo.

Como se ha descrito anteriormente, cuando "a" es 0 y "b" es 2, la materia prima es dimetilbenceno, y se puede obtener una alta pureza de bis-(triclorometil)-benceno de acuerdo con el método de fotocloración de la presente invención. El bis-(triclorometil)-benceno resultante con alta pureza puede reaccionar con o sin purificación con ácido ftálico a escala de reacción industrializada, de un modo tal que se prepare un bis-(cloroformil)-benceno de alta pureza. Preferentemente, se usa bis-(triclorometil)-benceno purificado con una alta pureza en la presente solicitud para reaccionar con ácido ftálico o agua de un modo tal que se prepare un bis-(cloroformil)-benceno de alta pureza.

De ese modo, otro aspecto más de la solicitud se refiere a un método para la preparación de bis-(cloroformil)-benceno, que comprende las siguientes etapas:

- a) preparar bis-(triclorometil)-benceno de acuerdo con cualquiera de los métodos de la presente solicitud, con o sin purificación tal como rectificación o recristalización después de que se complete la reacción;
- b) hacer reaccionar el bis-(triclorometil)-benceno de la etapa a) para preparar bis-(cloroformil)-benceno. En la etapa b), el bis-(triclorometil)-benceno se hace reaccionar preferentemente con agua o ácido ftálico, más preferentemente con ácido ftálico.

En un aspecto preferente de la presente solicitud, la etapa b) comprende además las siguientes etapas:

- i) fundir completamente el bis-(triclorometil)-benceno a temperatura elevada, añadir agua o ácido ftálico y un catalizador, y agitar de forma uniforme;
- ii) calentar el sistema de reacción, por ejemplo en el intervalo de 90-125 °C, para obtener el producto de bis-(cloroformil)-benceno;
- iii) llevar a cabo opcionalmente una purificación tal como rectificación o recristalización.

Preferentemente, está presente la etapa de purificación de bis-(triclorometil)-benceno en la etapa a). El bis-(triclorometil)-benceno y el ácido ftálico se dosifican en la etapa (i) en una proporción molar estequiométrica, por ejemplo preferentemente 1:1,01-1,03. El catalizador de la etapa (i) es un ácido de Lewis, por ejemplo, tricloruro de aluminio, cloruro de cinc, tricloruro férrico, preferentemente tricloruro férrico, y cuando se hace reaccionar con agua en la etapa (i), preferentemente, está presente una pequeña cantidad de ácido ftálico. La cantidad añadida del catalizador en la etapa (i) es preferentemente de un 0,2 % a un 0,3 % de la masa de bis-(triclorometil)-benceno.

El método para la preparación de bis-(cloroformil)-benceno por reacción de bis-(triclorometil)-benceno con ácido ftálico tiene los siguientes efectos beneficiosos: es un proceso sencillo, tiene un ciclo de producción corto, no se añade ningún medio tal como disolvente, y presenta menos contaminación medioambiental; y, debido a que el bis-(triclorometil)-benceno tiene una alta pureza por sí mismo, no se necesita que otra materia prima sea ácido ftálico con alta pureza (99,99 % o superior, que no es generalmente la calidad industrial de un 99,5 %) de forma similar a la que se usa en el proceso de cloruro de tionilo, lo que reduce de forma significativa el coste de producción. Además, el producto se puede purificar mediante métodos convencionales tales como rectificación individual y recristalización; debido a que las condiciones de reacción se controlan de forma estricta en la reacción de fotocloración, se reducen en gran medida los componentes ligeros y las impurezas con un punto de ebullición cercano al del bis-(triclorometil)-benceno, de un modo tal que el producto de bis-(cloroformil)-benceno preparado a partir del bis-(triclorometil)-

benceno tiene una pureza muy elevada, por ejemplo hasta aproximadamente un 99,95 %, aproximadamente un 99,96 %, aproximadamente un 99,97 %, aproximadamente un 99,98 % o aproximadamente un 99,99 %, es decir, el bis-(cloroformil)-benceno resultante alcanza calidad de polímero.

5 De ese modo, en otro aspecto, la presente solicitud se refiere a un método para la preparación de bis-(cloroformil)-
benceno que comprende hacer reaccionar bis-(triclorometil)-benceno con una pureza de más de un 99 % y
preferentemente más de un 99,2 % (por ejemplo, bis-(triclorometil)-benceno preparado mediante la presente
solicitud) con ácido ftálico de calidad industrial con una pureza de un 99,5 %. El efecto técnico del método es que se
10 puede obtener bis-(cloroformil)-benceno de calidad de polímero de hasta un 99,95 % a partir del producto resultante
mediante purificación individual tal como rectificación individual.

Además, en el presente documento se desvela un reactor de fotocloración que comprende un cilindro de reactor
(denominado simplemente cilindro) y un tubo transparente (denominado simplemente tubo) para situar una fuente de
luz en el mismo, fijada en el cilindro, caracterizado por que, cuando el cilindro es transparente, se dispone una capa
15 reflectante sobre una pared exterior de cilindro; cuando el cilindro no es transparente, se dispone una capa
reflectante sobre una pared interior del cilindro; cuando el tubo tiene un extremo cerrado y un extremo abierto, el
extremo cerrado se sitúa en el cilindro del reactor y el extremo abierto está de cara al exterior y se extiende de forma
radial a través del cilindro del reactor; y cuando el tubo tiene dos extremos abiertos, ambos extremos se extienden
de forma radial a través del cilindro del reactor.

20 En la presente solicitud, la distancia entre tubos adyacentes es 0,5-5 veces, preferentemente 1-2 veces el diámetro
del cilindro; el ángulo entre tubos adyacentes es entre 0 grados y 90 grados, preferentemente 90 grados; los tubos
se pueden fijar al cilindro del reactor por soldadura o mediante sujeciones; cuando el cilindro es transparente, la capa
reflectante es una membrana reflectante, película delgada de estaño o película delgada de aluminio que reviste la
25 pared exterior del cilindro, o un metal enchapado que tiene efecto reflectante, por ejemplo plata, cinc, hierro; y
cuando el cilindro no es transparente, la capa reflectante es vidrio o cuarzo que reviste la pared interna del cilindro.

Se sitúa un relleno granular resistente a la corrosión en el cilindro del reactor de la presente solicitud; la altura de
relleno del relleno granular resistente a la corrosión en el cilindro del reactor es de 1/3 a 2/3 de la altura del cilindro
30 del reactor; y el material del relleno granular resistente a la corrosión se puede seleccionar entre vidrio, cuarzo o
politetrafluoroetileno o similar. El cilindro del reactor incluye un puerto de entrada de material, un puerto de entrada
de cloro, un puerto de salida de producto, un puerto de salida de gases de escape, y un conector de termómetro. El
número de tales conectores de termómetro se puede determinar dependiendo del tipo de reactor o del requisito de
monitorización de temperatura.

35 Además, el puerto de entrada de cloro de la presente solicitud se equipa con un distribuidor de gases; el distribuidor
de gases se puede seleccionar, por ejemplo, como un distribuidor lineal o anular provisto con orificios de ventilación;
y el puerto de salida de gases de escape está conectado a un condensador. Después de que los gases de escape
pasen a través del condensador, los materiales de reacción y/o parte del producto de reacción transportados por los
40 gases de escape condensan y se pueden devolver al reactor.

En la presente solicitud, cuando el cilindro es transparente, puede estar hecho de vidrio o cuarzo; cuando el cilindro
no es transparente, puede estar hecho de acero u otros metales, o un material moldeado de acero revestido con
vidrio; y los tubos pueden estar hechos de vidrio o cuarzo.

45 En la presente solicitud, se dispone una camisa de intercambio de calor en la pared exterior del cilindro del reactor,
y/o se dispone un dispositivo de intercambio de calor en el cilindro del reactor, por ejemplo una bobina.

En la presente solicitud, las partes y los componentes que se usan en el reactor, tales como válvulas, anillos de
50 sellado, están hechos preferentemente de politetrafluoroetileno.

En la presente solicitud, la expresión "se extiende a través del reactor" significa que pasa a través de y que está
expuesto hacia la pared exterior del cilindro o solo incorporado en la pared exterior del cilindro.

55 En la presente solicitud, para los extremos cerrados de los tubos en el reactor, el cierre se puede conseguir de forma
integral en la fabricación, o se puede conseguir posteriormente mediante el uso de otros medios, por ejemplo,
usando una tapa de brida.

En la presente solicitud, cuando los tubos en el reactor tienen un extremo abierto o dos extremos abiertos, los
60 extremos abiertos se pueden cerrar según necesidades.

En la presente solicitud, cuando el material del cilindro del reactor no transparente es acero revestido con vidrio,
puede no requerirse que el vidrio revista la pared interior del cilindro.

65 En comparación con la técnica anterior, el reactor de fotocloración de la presente solicitud tienen los siguientes
efectos beneficiosos:

El cilindro se puede construir a partir de un material transparente o no transparente. Cuando el cilindro es transparente, la capa reflectante se dispone sobre la pared exterior del cilindro transparente y cuando el cilindro no es transparente, la capa reflectante se dispone sobre la pared interior del cilindro no transparente; de un modo tal que, en ambos casos, la luz emitida por las fuentes de luz en los tubos se pueda reflejar al cilindro de reacción, para mejorar la intensidad y el intervalo de iluminación en el cilindro, lo que asegura completamente una intensidad y una distribución uniforme de la iluminación en todo el reactor, reduciendo de ese modo la aparición de reacciones secundarias durante la reacción de fotocloración. Transparente o no, la pared interior del cilindro del reactor que está en contacto con los reactivos tiene un rendimiento resistente a la corrosión, prolongando de ese modo el tiempo de vida del reactor. Por ejemplo, para el cilindro transparente, la capa reflectante está en la pared exterior y la pared interior es cuarzo o vidrio, y para el cilindro no transparente, la capa reflectante está en la pared interior y la pared interior es vidrio o cuarzo. De ese modo, la pared interior que está en contacto con los reactivos tiene rendimiento resistente a la corrosión en ambos casos.

Además, se proporciona la capa reflectante en la pared exterior del cilindro del reactor para reducir de forma eficaz la pérdida de luz y la pérdida de iluminación, reduciendo de ese modo el consumo de energía en comparación con la técnica anterior.

Cuando el tubo para la colocación de la fuente de luz en el mismo tiene un extremo cerrado y un extremo abierto, el extremo cerrado se sitúa en el cilindro de reactor y no se extiende a través del cilindro; y el extremo abierto está de cara al exterior y se extiende a través del cilindro del reactor, de un modo tal que se puede evitar el daño a los tubos debido a expansión y contracción no uniformes. El tubo es de uso duradero, y el coste de mantenimiento de rutina es reducido, lo que es particularmente adecuado para que la reacción de fotocloración tenga una alta temperatura de reacción. Cuando la temperatura de reacción es baja, por lo general los tubos no se dañarán debido a expansión y contracción, y de ese modo cualquier extremo o los dos extremos del tubo están hechos para que se extiendan a través del cilindro del reactor.

Se introduce cloro a través del distribuidor de gases, y el relleno granular resistente a la corrosión situado en el cilindro del reactor prolonga el tiempo de retención del cloro en el líquido, consiguiendo de ese modo un mejor efecto de reacción.

El puerto de salida de gases de escape está conectado además al condensador, y los materiales de reacción y/o parte del producto de reacción transportados por los gases de escape se pueden devolver al reactor después de condensar, lo que reduce las pérdidas de material y facilita el tratamiento posterior de los gases de escape.

El reactor de fotocloración de la presente solicitud se puede usar en el método fotoquímico para la preparación de benceno sustituido con triclorometilo de la presente solicitud.

En lo sucesivo en el presente documento, la presente solicitud se describirá con realizaciones específicas. Estas realizaciones específicas son ilustrativas, no limitantes.

Descripción detallada de la invención

Materiales y métodos

La pureza de los productos 1,3-bis-(triclorometil)-benceno, 1,4-bis-(triclorometil)-benceno, bis-(cloroformil)-benceno, 1-cloro-4-(trifluorometil)benceno, y trifluorometilbenceno se determinó mediante cromatografía de gases.

La pureza del producto 1,3,5-tris(trifluorometil)benceno en los siguientes ejemplos se determinó mediante cromatografía líquida.

La iluminancia en los ejemplos se determinó mediante un iluminómetro.

La lámpara LED individual usada en los ejemplos tiene una amplitud de longitud de onda entre 20 y 50 nm, y se pueden usar dos o más lámparas LED con una longitud de onda idéntica o diferente para formar una fuente de luz integrada.

Realización 1

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 212,32 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 460 nm y una iluminancia de 49000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 290 g y la primera etapa de reacción duró 4 h y 35 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 61000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 145 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 290 g y la segunda etapa de reacción duró 3 h y 30 min. Además, la

iluminancia se ajustó a 87000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 300 g y la tercera etapa de reacción duró 5 h y 55 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 880 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción.

- 5 La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 97,61 % (véase el cromatograma 1) y un rendimiento de producto de un 95,45 %.

Realización 2

- 10 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 206,17 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 80 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 360 nm y una iluminancia de 49000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 280 g y la primera etapa de reacción duró 4 h y 30 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 60000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 140 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 280 g y la segunda etapa de reacción duró 3 h y 55 min. Después de que la iluminancia se mantuviera a 60000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 160 °C, se continuó la alimentación de 320 g de cloro. La tercera etapa de reacción duró 16 h y 35 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 880 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 96,28 % y un rendimiento de producto de un 94,01 %.

Realización 3

- 25 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura, un dispositivo de condensación de reflujo y un dispositivo de recuperación de disolvente, se añadieron 201,50 g de 1,3-dimetilbenceno y 100 g de tetracloruro de carbono como disolvente y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 43000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 4 h y 30 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 66000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 145 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la segunda etapa de reacción duró 3 h y 30 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 91000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 180 °C, se continuó la alimentación de 300 g de cloro. La tercera etapa de reacción duró 4 h y 50 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 840 g. La cantidad recuperada de disolvente tetracloruro de carbono fue de 74 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 95,89 %.

40

Realización 4

- 45 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 202,12 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 405 nm y una iluminancia de 31000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 135 g y la primera etapa de reacción duró 3 h y 20 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 58000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 160 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 405 g y la segunda etapa de reacción duró 4 h y 30 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 86000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 170 °C, se continuó la alimentación de 300 g de cloro. La tercera etapa de reacción duró 4 h y 45 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 840 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 95,03 %.

55

Realización 5

- 60 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 200,37 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 49000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la reacción duró 4 h y 30 min. A continuación, después de que se aumentara la iluminancia a 70000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 160 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 570 g y la reacción duró 25 h y 35 min. La cantidad

65

total de cloro consumida en la reacción fue de 840 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 95,17 %.

5 Realización 6

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 202,40 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 586 nm y una iluminancia de 20000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 4 h y 50 min. La iluminancia se ajustó a 67000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 135 °C mientras se alimentaba cloro. Después de alimentar cloro durante un período de tiempo, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g. A continuación, se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 86000 Lux. A continuación, se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 330 g y la segunda y la tercera etapas de reacción duraron 10 h y 35 min en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 870 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 91,32 %.

Realización 7

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 203,10 g de 1,3-dimetilbenceno. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 505 nm y una iluminancia de 43000 Lux. La temperatura del sistema se aumentó de forma gradual desde 55 °C, y se alimentó cloro de forma gradual de un modo tal que se controlara la temperatura del sistema para no ser mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 4 h y 50 min. La iluminancia se ajustó a 66000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 142 °C. Después de alimentar cloro durante un período de tiempo, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g. A continuación, se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 96000 Lux. A continuación, se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 310 g y la segunda y la tercera etapas de reacción duraron 9 h y 40 min en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 850 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 93,28 %.

Realización a modo de ejemplo 8

Las mezclas de reacción de los ejemplos 1-7 se purificaron mediante rectificación individual para obtener 1,3-bis-(triclorometil)-benceno purificado. Los 1,3-bis-(triclorometil)-bencenos purificados se analizaron mediante cromatografía de gases para tener una pureza de un 99,42 %, 99,28 %, 99,26 %, 99,24 %, 99,28 %, 99,06 % o un 99,20 %, respectivamente.

Realización a modo de ejemplo 9

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura, un dispositivo de condensación de reflujo y un dispositivo de agitación, se añadieron 402,45 g de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno con una pureza de un 99,42 % y se calentaron para fundirse completamente. Se añadieron 216,94 g de ácido m-ftálico con una pureza de un 99,50 % en 1,01 veces el número de moles de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno, y a continuación se añadieron 1,21 g de catalizador cloruro férrico en un 0,30 % del peso de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno. La temperatura se aumentó a 110 °C durante 60 min, en los que la reacción se completó. El producto resultante se sometió a rectificación para obtener 1,3-bis-(cloroformil)-benceno purificado. Los resultados de la cromatografía de gases muestran que el 1,3-bis-(cloroformil)-benceno purificado tiene una pureza de un 99,97 % (cromatograma 2).

Realización a modo de ejemplo 10

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura, un dispositivo de condensación de reflujo y un dispositivo de agitación, se añadieron 400,16 g de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno con una pureza de un 99,20 % y se calentaron para fundirse completamente. Se añadieron 219,98 g de ácido m-ftálico con una pureza de un 99,50 % en 1,03 veces el número de moles de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno, y a continuación se añadieron 0,80 g de catalizador cloruro férrico en un 0,20 % del peso de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno. La temperatura se aumentó a 105 °C durante 30 min, en los que la reacción se completó. El producto resultante se sometió a rectificación para obtener 1,3-bis-(cloroformil)-benceno purificado. Los resultados de la cromatografía de gases muestran que el 1,3-bis-(cloroformil)-benceno purificado tiene una pureza de un 99,95 %.

Realización a modo de ejemplo 11

5 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura, un dispositivo de condensación de reflujo y un dispositivo de agitación, se añadieron 400,12 g de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno con una pureza de un 99,28 % y se calentaron para fundirse completamente. Se añadieron 217,82 g de ácido m-ftálico con una pureza de un 99,50 % en 1,02 veces el número de moles de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno, y a continuación se añadieron 1,00 g de catalizador cloruro férrico en un 0,25 % del peso de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno. La temperatura se aumentó a 100 °C durante 45 min, en los que la reacción se completó. El producto resultante se sometió a rectificación para obtener 1,3-bis-(cloroformil)-benceno purificado. Los resultados de la cromatografía de gases muestran que el 1,3-bis-(cloroformil)-benceno purificado tiene una pureza de un 99,96 %.

Realización a modo de ejemplo 12

15 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 208,4 g de 1,4-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 460 nm y una iluminancia de 49000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 280 g y la primera etapa de reacción duró 4 h. Después de que se ajustara la iluminancia a 56000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 155 °C, la cantidad de cloro consumida fue de 280 g y la segunda etapa de reacción duró 3 h y 20 min. La temperatura del sistema se aumentó a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y la iluminancia se ajustó a 97000 Lux. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 300 g y la tercera etapa de reacción duró 6 h y 10 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 860 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno de un 97,75 % (véase el cromatograma 3) y un rendimiento de producto de un 95,20 %.

30 Realización a modo de ejemplo 13

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 200,00 g de 1,4-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 49000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 5 h. Después de que se ajustara la iluminancia a 66000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 143 °C, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la segunda etapa de reacción duró 3 h y 50 min. La temperatura del sistema se aumentó a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 90000 Lux. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 300 g y la tercera etapa de reacción duró 5 h y 25 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 840 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno de un 97,04 % y un rendimiento de producto de un 94,11 %.

Realización a modo de ejemplo 14

50 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura, un dispositivo de condensación de reflujo y un dispositivo de recuperación de disolvente, se añadieron 200,16 g de 1,4-dimetilbenceno y 100 g de tetracloruro de carbono como disolvente y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 405 nm y una iluminancia de 43000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 4 h y 50 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 66000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 150 °C, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la segunda etapa de reacción duró 3 h y 55 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 97000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 180 °C, se continuó la alimentación de 310 g de cloro. La tercera etapa de reacción duró 5 h. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 850 g. La cantidad recuperada de disolvente tetracloruro de carbono fue de 63 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno de un 96,02 %.

Realización a modo de ejemplo 15

65 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo

de condensación de reflujo, se añadieron 200,21 g de 1,4-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 505 nm y una iluminancia de 31000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 135 g y la primera etapa de reacción duró 3 h y 55 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 58000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 150 °C, la cantidad de cloro consumida fue de 405 g y la segunda etapa de reacción duró 4 h y 55 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 86000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 170 °C, la cantidad de cloro consumida fue de 310 g y la tercera etapa de reacción duró 5 h y 20 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 850 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno de un 95,52 %.

Realización a modo de ejemplo 16

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 203,21 g de 1,4-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 360 nm y una iluminancia de 49000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la reacción duró 4 h y 25 min. A continuación, la iluminancia se ajustó a 70000 Lux y la temperatura del sistema se aumentó a 140 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 650 g y la reacción duró 31 h en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 920 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno de un 96,64 %.

Realización a modo de ejemplo 17

Las mezclas de reacción de los ejemplos 12-16 se purificaron mediante rectificación individual para obtener 1,4-bis-(triclorometil)-benceno purificado. Los 1,4-bis-(triclorometil)-bencenos purificados se analizaron mediante cromatografía de gases para tener una pureza de un 99,45 %, 99,38 %, 99,36 %, 99,22 % o un 99,32 %, respectivamente.

Realización a modo de ejemplo 18

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura, un dispositivo de condensación de reflujo y un dispositivo de agitación, se añadieron 400,32 g de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno con una pureza de un 99,45 % y se calentaron para fundirse completamente. Se añadieron 215,79 g de ácido p-ftálico con una pureza de un 99,50 % en 1,01 veces el número de moles de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno, y a continuación se añadieron 1,00 g de catalizador cloruro férrico en un 0,25 % del peso de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno. La temperatura se aumentó a 125 °C durante 60 min, en los que la reacción se completó. El producto resultante se sometió a rectificación para obtener 1,4-bis-(cloroformil)-benceno purificado. Los resultados de la cromatografía de gases muestran que el 1,4-bis-(cloroformil)-benceno purificado tiene una pureza de un 99,96 % (véase el cromatograma 4).

Realización a modo de ejemplo 19

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura, un dispositivo de condensación de reflujo y un dispositivo de agitación, se añadieron 402,36 g de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno con una pureza de un 99,22 % y se calentaron para fundirse completamente. Se añadieron 219,04 g de ácido p-ftálico con una pureza de un 99,50 % en 1,02 veces el número de moles de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno, y a continuación se añadieron 1,21 g de catalizador cloruro férrico en un 0,30 % del peso de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno. La temperatura se aumentó a 120 °C durante 45 min, en los que la reacción se completó. El producto resultante se sometió a rectificación para obtener 1,4-bis-(cloroformil)-benceno purificado. Los resultados de la cromatografía de gases muestran que el 1,4-bis-(cloroformil)-benceno purificado tiene una pureza de un 99,95 %.

Realización a modo de ejemplo 20

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura, un dispositivo de condensación de reflujo y un dispositivo de agitación, se añadieron 405,12 g de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno con una pureza de 99,32 % y se calentaron para fundirse completamente. Se añadieron 222,70 g de ácido p-ftálico con una pureza de un 99,50 % en 1,03 veces el número de moles de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno, y a continuación se añadieron 0,81 g de catalizador cloruro férrico en un 0,20 % del peso de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno. La temperatura se aumentó a 115 °C durante 30 min, en los que la reacción se completó. El producto resultante se sometió a rectificación para obtener 1,4-bis-(cloroformil)-benceno purificado. Los resultados de la cromatografía de gases muestran que el 1,4-bis-(cloroformil)-benceno purificado tiene una pureza de un 99,96 %.

Realización a modo de ejemplo 21

5 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 201,00 g de 1,3-dimetilbenceno. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 60000 Lux. La temperatura se aumentó desde 20 °C, y se alimentó cloro de forma gradual de un modo tal que se controlara la temperatura del sistema para que no fuera mayor de 120 °C. La reacción duró 20 h y la cantidad de cloro consumida fue de 1200 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción.

10 La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, y el resultado muestra que el producto de reacción principal fue un producto de cloración de 1,3-dimetilbenceno en forma de una mezcla con 4-5 sustituciones de cloro (véase el cromatograma 5).

Realización a modo de ejemplo 22

15 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 200,30 g de 1,3-dimetilbenceno. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 460 nm y una iluminancia de 43000 Lux. La temperatura se aumentó desde 20 °C, y se alimentó cloro de forma gradual de un modo tal que se controlara la temperatura del sistema para que no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 5 h y 55 min. La iluminancia se ajustó a 63000 Lux y se aumentó la temperatura del sistema a 142 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g. La temperatura del sistema se aumentó a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 91000 Lux. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 360 g. La segunda y la

20 tercera etapas de reacción duraron 12 h y 15 min en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 900 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 88,93 % (véase el cromatograma 6).

30 Realización a modo de ejemplo 23

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 201,46 g de 1,3-dimetilbenceno. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 505 nm y una iluminancia de 43000 Lux. La temperatura se aumentó desde 30 °C, y se alimentó cloro de forma gradual de un modo tal que se controlara la temperatura del sistema para que no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 5 h y 40 min. La iluminancia se ajustó a 61000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 145 °C. Después de alimentar cloro durante un período de tiempo, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g. A continuación, se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 89000 Lux. A continuación, se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 300 g y la segunda y la tercera etapas de reacción duraron 11 h y 5 min en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 840 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 89,44 %.

45 Realización a modo de ejemplo 24

50 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 200,90 g de 1,3-dimetilbenceno. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 43000 Lux. La temperatura se aumentó desde 40 °C, y se alimentó cloro de forma gradual de un modo tal que se controlara la temperatura del sistema para que no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 5 h y 10 min. La iluminancia se ajustó a 63000 Lux y se aumentó la temperatura del sistema a 142 °C. Después de alimentar cloro durante un período de tiempo, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g. La temperatura del sistema se aumentó a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 93000 Lux. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 320 g. La segunda y la tercera etapas de reacción duraron 10 h en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 860 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 89,51 %.

Realización a modo de ejemplo 25

65 En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 199,08 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 405 nm y una

iluminancia de 10000 Lux. A continuación, se alimentó cloro de forma gradual para iniciar la reacción mientras que se controlaba la temperatura del sistema para que no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 4 h y 55 min. La iluminancia se ajustó a 56000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 133 °C. Después de alimentar cloro durante un período de tiempo, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g. A continuación, se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 97000 Lux. A continuación, se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 300 g y la segunda y la tercera etapas de reacción duraron 15 h y 20 min en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 840 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 88,03 %.

Realización a modo de ejemplo 26

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 200,60 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 586 nm y una iluminancia de 5000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que se controlaba la temperatura del sistema para que no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 5 h y 5 min. La iluminancia se ajustó a 69000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 147 °C. Después de alimentar cloro durante un período de tiempo, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g. A continuación, se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 98000 Lux. A continuación, se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 300 g y la segunda y la tercera etapas de reacción duraron 18 h y 30 min en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 840 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 78,70 %.

Ejemplo de referencia 27

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 200,05 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 500 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que se controlaba la temperatura del sistema para que no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la primera etapa de reacción duró 5 h y 30 min. A continuación, la iluminancia se ajustó a 69000 Lux y la temperatura del sistema se aumentó a 150 °C. Después de alimentar cloro durante un período de tiempo, la cantidad de cloro consumida fue de 270 g. A continuación, se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro, y a continuación la iluminancia se ajustó a 98000 Lux. A continuación, se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 300 g, y la segunda y la tercera etapas de reacción duraron 20 h y 25 min en total. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 940 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 70,12 % (véase el cromatograma 7).

Ejemplo de referencia 28

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 200,00 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 110 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 405 nm y una iluminancia de 60000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción. Después de un período de tiempo, la temperatura de la reacción se elevó de forma drástica y no se pudo controlar por debajo de 120 °C, dando como resultado una rápida carbonización/ennegrecimiento y de ese modo el fallo de la reacción.

Ejemplo de referencia 29

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 202,10 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 120 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 360 nm y una iluminancia de 43000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción. Después de un período de tiempo, la temperatura de la reacción se elevó de forma drástica y no se pudo controlar por debajo de 120 °C, dando como resultado una rápida carbonización/ennegrecimiento y de ese modo el fallo de la reacción.

Realización a modo de ejemplo 30

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo

de condensación de reflujo, se añadieron 171 g de p-clorotolueno y se calentaron a 65 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 412 nm y una iluminancia de 30000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 156 g y la primera etapa de reacción duró 3 h y 45 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 54000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 150 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 171 g y la segunda etapa de reacción duró 3 h y 10 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 327 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de p-cloro-(triclorometil)-benceno de un 95,17 %.

Realización a modo de ejemplo 31

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 250 g de metilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 41000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 305 g y la primera etapa de reacción duró 3 h y 15 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 58000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 135 °C, se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 135 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 296 g y la segunda etapa de reacción duró 2 h y 5 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 601 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de (triclorometil)-benceno de un 96,83 %.

Realización a modo de ejemplo 32

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 185,2 g de sym-trimetilbenceno y se calentaron a 80 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 405 nm y una iluminancia de 11000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 325 g y la primera etapa de reacción duró 5 h y 10 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 50000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 160 °C, se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 311 g y la segunda etapa de reacción duró 13 h y 10 min. A continuación, la iluminancia se ajustó a 55000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 300 °C mientras se alimentaba cloro. Se continuó la alimentación de cloro hasta que se consigue o una cloración completa. La cantidad de cloro consumida fue de 449 g y la tercera etapa de reacción duró 15 h y 10 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 1085 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía líquida, con una pureza de sym-tris(triclorometil)-benceno de un 91,7 %.

Realización a modo de ejemplo 33

Tres columnas de reacción revestidas de vidrio con un dispositivo de medición de temperatura, un condensador de reflujo, un dispositivo de iluminación de lámparas LED, y un dispositivo de calentamiento/refrigeración se dispusieron en serie para formar un aparato de reacción de fotocloración continuo, en el que las columnas de reacción revestidas de vidrio fueron secuencialmente la primera columna, la segunda columna y la tercera columna. Después de que el aparato de reacción se sometiera a las etapas de preparación tales como ensayo de presión, ensayo de fuga, limpieza, y secado, se llevó a cabo la puesta en marcha inicial, y la cantidad de alimentación se aumentó de forma gradual. Después de que la reacción de fotocloración fuera estable, se añadió de forma continua 1,3-dimetilbenceno a una tasa de 95 kg/h a la primera columna. La primera columna se controló a una temperatura entre 80 °C y 120 °C mediante el dispositivo de calentamiento/refrigeración, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 460 nm y una iluminancia media entre 20000 y 39000 Lux, mientras que el cloro se alimentó con un caudal de 135 kg/h desde la parte inferior para reacción de fotocloración continua, donde la tasa de calentamiento o refrigeración se controló de un modo tal que la temperatura de la primera columna no fuera mayor de 120 °C. La solución de reacción de la primera columna se desbordó desde la parte inferior a la segunda columna, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 505 nm y una iluminancia media entre 40000 y 61000 Lux. La segunda columna se controló a una temperatura entre 135 y 145 °C, y se alimentó cloro con un caudal de 128 kg/h a la segunda columna. La solución de reacción en la segunda columna se desbordó desde la parte inferior a la tercera columna, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 586 nm y una iluminancia media entre 60000 y 86000 Lux. La tercera columna se controló a una temperatura entre 170 y 180 °C, y se alimentó cloro con un caudal de 148 kg/h a la tercera columna. La cantidad total de cloro alimentada al sistema de reacción que consiste en las tres columnas fue de 411 kg/h. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante en el puerto de salida de la tercera columna. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 93,1 %.

Una parte del 1,3-bis-(triclorometil)-benceno en bruto se purificó por rectificación. El 1,3-bis-(triclorometil)-benceno en bruto resultante se calentó previamente a 100 °C y se añadió de forma continua a una tasa de 300 kg/h a la parte media de la primera columna del grupo de tres columnas de rectificación continuas. La parte inferior (caldera) de la primera columna se calentó con un aceite de transferencia de calor, de un modo tal que se mantuviera la temperatura de la parte inferior de la columna entre 165 y 175 °C, la temperatura de la parte media de la columna entre 100 y 130 °C y la temperatura de la parte superior de la columna entre 85 y 110 °C. La primera columna tenía un grado de vacío de 0,09 MPa. Los componentes de bajo punto de ebullición y una pequeña cantidad del componente primario 1,3-bis-(triclorometil)-benceno fluyeron desde el condensador de la primera columna, una parte de los cuales se devolvió a la parte superior de la primera columna y una parte de los cuales se envió de forma continua a la parte media de la segunda columna. La parte inferior (caldera) de la segunda columna también se calentó con un aceite de transferencia de calor, de un modo tal que se mantuviera la temperatura de la parte inferior de la columna entre 165 y 175 °C, la temperatura de la parte media de la columna entre 80 y 100 °C y la temperatura de la parte superior de la columna entre 75 y 95 °C. La segunda columna tenía un grado de vacío de 0,09 MPa. Se obtuvieron componentes ligeros básicamente exentos del componente primario 1,3-bis-(triclorometil)-benceno en la parte superior de la segunda columna. El líquido de la parte inferior de la primera columna y el líquido de la parte inferior de la segunda columna se mezclaron y se enviaron a la parte media de la tercera columna. La parte inferior de la tercera columna se calentó con un aceite de transferencia de calor, de un modo tal que se mantuviera la temperatura de la parte inferior de la columna entre 270 °C y 290 °C, la temperatura de la parte media de la columna entre 180 y 190 °C y la temperatura de la parte superior de la columna entre 150 y 160 °C. La tercera columna tenía un grado de vacío de 0,098 MPa. El condensado que sale del condensador en la parte superior de la tercera columna se devolvió parcialmente a la parte superior de la tercera columna y una parte del condensado fluyó al tanque de recepción como 1,3-bis-(triclorometil)-benceno rectificado, con un caudal medio de 8 horas de 236 kg/h. El líquido residual de la tercera columna se descargó de la parte inferior para su tratamiento. Se tomó una muestra del tanque de recepción de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 99,3 % y un rendimiento medio de un 84 % para la rectificación de 8 horas para 1,3-bis-(triclorometil)-benceno.

Una parte adicional del 1,3-bis-(triclorometil)-benceno en bruto se purificó mediante destilación molecular. El 1,3-bis-(triclorometil)-benceno en bruto resultante se calentó previamente a 50 °C y se añadió de forma continua a una tasa de 300 kg/h a un evaporador de película delgada de vacío revestido de vidrio. El evaporado se controló a una temperatura de 95 °C y un grado de vacío de 0,090 MPa. Una parte del componente primario 1,3-bis-(triclorometil)-benceno y una pequeña cantidad de los componentes de bajo punto de ebullición se vaporizaron y entraron en el condensador para recuperarse en forma de componentes ligeros. La mayoría del componente primario y las impurezas de alto punto de ebullición se enviaron además de forma continua a un destilador molecular primario. El destilador molecular primario tenía una presión absoluta de 20 Pa y una temperatura de destilación de 95 °C. Un condensador de cubierta y tubo en la columna tenía una temperatura de refrigeración de 40 °C, a la cual escapó el material que fluye a lo largo de la pared de la columna y se capturó para obtener 1,3-bis-(triclorometil)-benceno destilado. Con el fin de hacer la destilación más completa, el residuo de destilación que aún contenía el componente primario de la parte inferior del destilador molecular primario se envió además a un destilador molecular secundario. El destilador molecular secundario tenía la misma presión que el destilador molecular primario, una temperatura de destilación de 105 °C, y una temperatura de refrigeración de 40 °C, y el residuo de destilación se descargó de la columna inferior a un caudal de 20 kg/h para su tratamiento. El destilado en el destilador molecular primario y el destilado en el destilador molecular secundario se combinaron, para obtener 1,3-bis-(triclorometil)-benceno destilado con un caudal de 252 kg/h. Se tomó una muestra y se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 99,12 % y un rendimiento medio de un 89 % para la destilación molecular de 8 horas basado en 1,3-bis-(triclorometil)-benceno.

Realización a modo de ejemplo 34

Tres columnas de reacción revestidas de vidrio con un dispositivo de medición de temperatura, un condensador de reflujo, un dispositivo de iluminación de lámparas LED, y un dispositivo de calentamiento/refrigeración se dispusieron en serie para formar un aparato de reacción de fotocloración continuo, en el que las columnas de reacción revestidas de vidrio fueron secuencialmente la primera columna, la segunda columna y la tercera columna. Después de que el aparato de reacción se sometiera a las etapas de preparación tales como ensayo de presión, ensayo de fuga, limpieza, y secado, se llevó a cabo la puesta en marcha inicial, y la cantidad de alimentación se aumentó de forma gradual. Después de que la reacción de fotocloración fuera estable, se añadió de forma continua 1,4-dimetilbenceno a una tasa de 100 kg/h a la primera columna. La primera columna se controló a una temperatura entre 80 °C y 120 °C mediante el dispositivo de calentamiento/refrigeración, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 470 nm y una iluminancia media entre 25000 y 37000 Lux, mientras que el cloro se alimentó con un caudal de 140 kg/h desde la parte inferior para reacción de fotocloración continua, donde la tasa de calentamiento o refrigeración se controló de un modo tal que la temperatura de la primera columna no fuera mayor de 120 °C. La solución de reacción de la primera columna se desbordó desde la parte inferior a la segunda columna, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 502 nm y una iluminancia media entre 45000 y 61000 Lux. La segunda columna se controló a una temperatura entre 135-145 °C, y se alimentó cloro con un caudal de 150 kg/h a la segunda columna. La solución de reacción en la segunda columna se desbordó desde la parte inferior a la tercera

columna, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 555 nm y una iluminancia media entre 70000 y 85000 Lux. La tercera columna se controló a una temperatura entre 170 y 180 °C, y se alimentó cloro con un caudal de 145 kg/h a la tercera columna. La cantidad total de cloro alimentada al sistema de reacción que consiste en las tres columnas fue de 435 kg/h. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante en el puerto de salida de la tercera columna. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno de un 92,5 %.

Una parte del 1,4-bis-(triclorometil)-benceno en bruto se purificó por rectificación. El 1,4-bis-(triclorometil)-benceno en bruto resultante se calentó previamente a 120 °C y se añadió de forma continua a una tasa de 300 kg/h a la parte media de la primera columna del grupo de tres columnas de rectificación continuas. La parte inferior (caldera) de la primera columna se calentó con un aceite de transferencia de calor, de un modo tal que se mantuviera la temperatura de la parte inferior de la columna entre 175 y 195 °C, la temperatura de la parte media de la columna entre 120 y 140 °C y la temperatura de la parte superior de la columna entre 110 y 120 °C. La primera columna tenía un grado de vacío de 0,09 MPa. Los componentes de bajo punto de ebullición y una pequeña cantidad del componente primario 1,4-bis-(triclorometil)-benceno fluyeron desde el condensador de la primera columna, una parte de los cuales se devolvió a la parte superior de la primera columna y una parte de los cuales se envió de forma continua a la parte media de la segunda columna. La parte inferior (caldera) de la segunda columna también se calentó con un aceite de transferencia de calor, de un modo tal que se mantuviera la temperatura de la parte inferior de la columna entre 165 y 175 °C, la temperatura de la parte media de la columna entre 100 y 110 °C y la temperatura de la parte superior de la columna entre 95 y 105 °C. La segunda columna tenía un grado de vacío de 0,09 MPa. Se obtuvieron componentes ligeros básicamente exentos del componente primario 1,4-bis-(triclorometil)-benceno en la parte superior de la segunda columna. El líquido de la parte inferior de la primera columna y el líquido de la parte inferior de la segunda columna se mezclaron y se enviaron a la parte media de la tercera columna. La parte inferior de la tercera columna se calentó con un aceite de transferencia de calor, de un modo tal que se mantuviera la temperatura de la parte inferior de la columna entre 280 °C y 300 °C, la temperatura de la parte media de la columna entre 180 y 190 °C y la temperatura de la parte superior de la columna entre 150 y 160 °C. La tercera columna tenía un grado de vacío de 0,098 MPa. El condensado que sale del condensador en la parte superior de la tercera columna se devolvió parcialmente a la parte superior de la tercera columna y una parte del condensado fluyó al tanque de recepción como 1,4-bis-(triclorometil)-benceno rectificado, con un caudal medio de 8 horas de 230 kg/h. El líquido residual de la tercera columna se descargó de la parte inferior para su tratamiento. Se tomó una muestra del tanque de recepción de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno de un 99,19 % y un rendimiento medio de un 82,2 % para la rectificación de 8 horas para 1,4-bis-(triclorometil)-benceno.

Una parte adicional del 1,4-bis-(triclorometil)-benceno en bruto se purificó mediante destilación molecular. El 1,4-bis-(triclorometil)-benceno en bruto resultante se calentó previamente a 120 °C y se añadió de forma continua a una tasa de 300 kg/h a un evaporador de película delgada de vacío revestido de vidrio. El evaporado se controló a una temperatura de 125 °C y un grado de vacío de 0,090 MPa. Una parte del componente primario 1,4-bis-(triclorometil)-benceno y una pequeña cantidad de los componentes de bajo punto de ebullición se vaporizaron y entraron en el condensador para recuperarse en forma de componentes ligeros. La mayoría del componente primario y las impurezas de alto punto de ebullición se enviaron además de forma continua a un destilador molecular primario. El destilador molecular primario tenía una presión absoluta de 20 Pa y una temperatura de destilación de 115 °C. Un condensador de cubierta y tubo en la columna tenía una temperatura de refrigeración de 100 °C, a la cual escapó el material que fluye a lo largo de la pared de la columna y se capturó para obtener 1,4-bis-(triclorometil)-benceno destilado. Con el fin de hacer la destilación más completa, el material líquido que aún contenía el componente primario de la parte inferior del destilador molecular primario se envió además a un destilador molecular secundario. Para su captura, el destilador molecular secundario aún tenía la misma presión que el destilador molecular primario, una temperatura de destilación de 127 °C, y una temperatura de refrigeración de 100 °C, y el residuo de destilación se descargó de la columna inferior para su tratamiento. El destilado en el destilador molecular primario y el destilado en el destilador molecular secundario se combinaron, para obtener 1,4-bis-(triclorometil)-benceno destilado con un caudal de 245 kg/h. Se tomó una muestra y se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,4-bis-(triclorometil)-benceno de un 99,23 % y un rendimiento medio de un 87,6 % para la destilación molecular de 8 horas para 1,4-bis-(triclorometil)-benceno.

Realización a modo de ejemplo 35

Fuente de luz: una fuente de luz integrada que consiste en varias cuentas de lámpara LED con longitudes de onda entre 360 nm y 586 nm, por ejemplo una fuente de luz integrada que consiste en varias cuentas de lámpara LED con longitudes de onda de 360 nm, 430 nm, 468 nm, 470 nm, 502 nm, 505 nm, 523 nm, 555 nm, 560 nm, 565 nm, 574 nm y 585 nm.

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 182 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. La fuente de luz integrada LED se encendió para irradiación, con una iluminancia de 10000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 268 g y la primera etapa de reacción

duró 4 h y 50 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 50000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 143 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 271 g y la segunda etapa de reacción duró 11 h y 10 min. Además, la iluminancia se ajustó a 50000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 179 °C mientras se alimentaba cloro. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 179 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 211 g y la tercera etapa de reacción duró 12 h y 30 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 750 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 91,7 %.

10 Realización a modo de ejemplo 36

Fuente de luz: una fuente de luz integrada que consiste en varias cuentas de lámpara LED con longitudes de onda entre 430 nm y 586 nm, por ejemplo una fuente de luz integrada que consiste en varias cuentas de lámpara LED con longitudes de onda de 430 nm, 468 nm, 470 nm, 502 nm, 505 nm, 523 nm, 555 nm, 560 nm, 565 nm, 574 nm y 585 nm.

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 208 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 71 °C. La fuente de luz integrada LED se encendió para irradiación, con una iluminancia de 20000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 280 g y la primera etapa de reacción duró 5 h y 10 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 45000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 140 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 290 g y la segunda etapa de reacción duró 10 h y 5 min. Además, la iluminancia se ajustó a 55000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 181 °C mientras se alimentaba cloro. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 181 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 280 g y la tercera etapa de reacción duró 12 h y 5 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 850 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 93 %.

30 Realización a modo de ejemplo 37

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 185 g de 1,3-dimetilbenceno. Cuando la temperatura del reactivo fue de 0 °C, se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 20000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 260 g y la primera etapa de reacción duró 10 h y 10 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 35000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 135 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 270 g y la segunda etapa de reacción duró 12 h y 10 min. Además, la iluminancia se ajustó a 55000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 228 g y la tercera etapa de reacción duró 12 h y 20 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 758 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 87,3 %.

Realización a modo de ejemplo 38

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 210 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 10 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 460 nm y una iluminancia de 18000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 290 g y la primera etapa de reacción duró 9 h y 10 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 33000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 140 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 290 g y la segunda etapa de reacción duró 11 h y 10 min. Además, la iluminancia se ajustó a 50000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 285 g y la tercera etapa de reacción duró 12 h y 30 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 865 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 87,8 %.

65 Realización a modo de ejemplo 39

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 201 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 465 nm y una iluminancia de 2000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 280 g y la primera etapa de reacción duró 6 h y 10 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 10000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 140 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 290 g y la segunda etapa de reacción duró 12 h y 10 min. Además, la iluminancia se ajustó a 50000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 250 g y la tercera etapa de reacción duró 12 h y 10 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 820 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 73,4 %.

Realización a modo de ejemplo 40

En un matraz de cuatro bocas de 500 ml, equipado con un dispositivo de medición de temperatura y un dispositivo de condensación de reflujo, se añadieron 203 g de 1,3-dimetilbenceno y se calentaron a 60 °C. Se encendieron las lámparas LED para irradiación, con una longitud de onda de pico central de luz incidente de 460 nm y una iluminancia de 4000 Lux. A continuación, se alimentó cloro para iniciar la reacción mientras que la tasa de alimentación de cloro se controló de un modo tal que la temperatura del sistema no fuera mayor de 120 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 286 g y la primera etapa de reacción duró 5 h y 50 min. Después de que se ajustara la iluminancia a 15000 Lux y se aumentara la temperatura del sistema a 140 °C, se continuó la alimentación de cloro. La cantidad de cloro consumida fue de 280 g y la segunda etapa de reacción duró 12 h y 20 min. Además, la iluminancia se ajustó a 55000 Lux, y se aumentó la temperatura del sistema a 180 °C mientras se alimentaba cloro. Se continuó la alimentación de cloro mientras se mantenía la temperatura a 180 °C. La cantidad de cloro consumida fue de 264 g y la tercera etapa de reacción duró 11 h y 30 min. La cantidad total de cloro consumida en la reacción fue de 830 g. Se tomó una muestra de la mezcla de reacción resultante después de que se completara la reacción. La muestra se analizó mediante cromatografía de gases, con una pureza de 1,3-bis-(triclorometil)-benceno de un 76,1 %.

Realización a modo de ejemplo 41

Las mezclas de reacción de los ejemplos 22-27 se purificaron mediante una rectificación individual para dar 1,3-bis-(triclorometil)-benceno purificado, con una pureza de un 99,02 %, 99,1 %, 99,18 %, 99,12 %, 99,01 % y un 89,7 % respectivamente.

Las mezclas de reacción de los ejemplos 30-32 se purificaron mediante una rectificación individual para dar p-cloro(triclorometil)-benceno, (triclorometil)-benceno, y sym-tris(triclorometil)-benceno purificados, con una pureza de un 99,8 %, 99,9 % y un 99,43 % respectivamente.

Las mezclas de reacción de los ejemplos 35-40 se purificaron mediante una rectificación individual para dar 1,3-bis-(triclorometil)-benceno purificado, con una pureza de un 99,42 %, 99,31 %, 99,14 %, 99,19 %, 99,11 % y un 99,08 % respectivamente.

Ejemplo de referencia 42

El reactor de fotocloración de la presente divulgación (como se muestra en la Figura 8) comprende un cilindro 1 de reactor y tubos 2 para colocar una fuente de luz en los mismos.

El cilindro 1 del reactor es transparente, y se dispone una capa reflectante sobre una pared exterior del cilindro 1 del reactor. La capa reflectante está revestida con un material reflectante, por ejemplo adherida con una membrana reflectante, lámina delgada de estaño o lámina delgada de aluminio o enchapada con un metal que tiene efecto reflectante, por ejemplo plata, cinc, hierro.

Los tubos 2 para colocar una fuente de luz están fijos en el cilindro 1 del reactor, y cada uno tiene un extremo cerrado y un extremo abierto.

El extremo cerrado 3 está situado en el cilindro del reactor, y el extremo abierto está de cara al exterior y se extiende de forma radial a través del cilindro 1 del reactor. Los tubos 2 se pueden fijar al cilindro 1 del reactor mediante soldadura o sujeciones.

El ángulo entre tubos adyacentes está entre 0 grados y 90 grados y es 90 grados en esta realización.

La distancia entre tubos adyacentes es 0,5-5 veces el diámetro del cilindro, y es 1 vez en esta realización.

5 Se sitúa un relleno granular resistente a la corrosión en el cilindro del reactor; la altura de relleno del relleno granular en el cilindro del reactor es preferentemente 1/3-2/3 de la altura del cilindro del reactor; y el material del relleno granular resistente a la corrosión se puede seleccionar entre vidrio, cuarzo o politetrafluoroetileno o similar. El relleno granular resistente la corrosión en esta realización se selecciona como perlas de vidrio y la altura de relleno es la mitad de la altura del cilindro.

10 El cilindro 1 de reactor incluye un puerto 5 de entrada de material, un puerto 6 de entrada de cloro, un puerto 7 de salida de producto, un puerto 8 de salida de gases de escape, y un conector 9 de termómetro. El puerto 5 de entrada de material y el conector 9 de termómetro se sitúan en una pared lateral del cilindro 1 del reactor, el puerto 7 de salida de producto se sitúa en la parte inferior del cilindro 1 del reactor, y el puerto 6 de entrada de cloro se sitúa en la parte inferior del cilindro de reactor por encima del puerto 7 de salida de producto.

15 El número de conectores de termómetro se puede establecer dependiendo del tamaño del reactor o el requisito de monitorización de temperatura, y es 1 en esta realización.

20 El puerto 6 de entrada de cloro se equipa con un distribuidor 10 de gases; el distribuidor 10 de gases se puede seleccionar, por ejemplo, en forma de un distribuidor lineal o anular provisto con orificios de ventilación, según necesidades.

Los materiales para el cilindro 1 del reactor y los tubos 2 para situar una fuente de luz en los mismos son vidrio o cuarzo.

25 Se dispone una camisa de intercambio de calor en la pared exterior del cilindro del reactor, y/o se dispone una bobina en el cilindro del reactor, para el intercambio de calor.

Las partes y los componentes que se usan en el reactor, tales como válvulas, anillos de sellado, están hechos preferentemente de politetrafluoroetileno.

30 El proceso de operación de este ejemplo es como sigue a continuación: el material de reacción tal como p-dimetilbenceno se alimentó al cilindro 1 del reactor desde el puerto 5 de entrada de material; la fuente de luz tal como la lámpara LED se situó en los tubos 2 y se encendió; después de que se iniciara la reacción, se alimentó cloro al cilindro 1 del reactor desde el puerto 6 de entrada de cloro a través del distribuidor 10 de gases y se hizo pasar a través de las perlas de vidrio para reaccionar con el p-dimetilbenceno; el producto de reacción se extrajo desde el
35 puerto 7 de salida de producto; y los gases de escape se descargaron desde el puerto 8 de salida de gases de escape para su recogida y tratamiento.

Ejemplo de referencia 43

40 El reactor de fotocloración de la presente divulgación tiene una estructura como se muestra en la Figura 9 y este ejemplo difiere del ejemplo 42 solo en que tanto un extremo (23) como el otro extremo (24) de cada uno de los tubos están abiertos y se extienden de forma radial a través del cilindro del reactor.

45 Cuando se usa el reactor de este ejemplo, los tubos también pueden tener cada uno un extremo cerrado y el otro extremo abierto para facilitar la situación o la retirada de la fuente de luz; alternativamente, los dos extremos de los tubos se pueden cerrar después de que se sitúe la fuente de luz.

Ejemplo de referencia 44

50 Este ejemplo difiere del ejemplo 42 solo en que el puerto 8 de salida de gases de escape está conectado a un dispositivo de condensación, el ángulo entre tubos adyacentes es de 45 grados, el relleno granular resistente a la corrosión es de gránulos de cuarzo, y la altura de relleno es de 2/3 de la altura del cilindro.

55 El proceso de operación de este ejemplo es como sigue a continuación: el material de reacción tal como m-dimetilbenceno se alimentó al cilindro 1 del reactor desde el puerto 5 de entrada de material; la fuente de luz tal como la lámpara LED se situó en los tubos y se encendió; después de que se iniciara la reacción, se alimentó cloro al cilindro 1 del reactor desde el puerto 6 de entrada de cloro a través del distribuidor 10 de gases y se hizo pasar a través de los gránulos de cuarzo para reaccionar con el p-dimetilbenceno; el producto de reacción se extrajo desde el puerto 7 de salida de producto; y los gases de escape se descargaron desde el puerto 8 de salida de gases de escape y se hicieron pasar a través del dispositivo de condensación para su recogida y tratamiento; y el condensado
60 se devolvió al cilindro 1 del reactor para reacción adicional.

Ejemplo de referencia 45

65 Este ejemplo difiere del ejemplo 42 en que el cilindro del reactor no es transparente. Se usan acero u otros metales como material del cilindro y se reviste una capa de vidrio o cuarzo en una pared interior del cilindro; y,

alternativamente, se usa directamente acero revestido con vidrio como material del cilindro sin ninguna capa reflectante que revista la pared interior del cilindro.

5 En este ejemplo, los tubos para situar la fuente de luz pueden ser similares a los de la realización 42 donde un extremo se extiende a través del cilindro o los de la realización 43 donde ambos extremos se extienden a través del cilindro, o una combinación de los dos.

10 En este ejemplo, el dispositivo de condensación puede estar o no estar dispuesto en el puerto de salida de gases de escape, según sea necesario.

15 En las realizaciones 42-45 se describen realizaciones específicas del reactor de fotocloración de la presente divulgación. Se ha de entender que el reactor de fotocloración de la presente divulgación no se limita a estas realizaciones específicas anteriores, y los expertos en la materia pueden realizar diversas variaciones o modificaciones, por ejemplo, con el cambio del tamaño del reactor, ajustes pertinentes en el reactor: se pueden cambiar de forma correspondiente el número de tubos transparentes para situar una fuente de luz en los mismos y el soporte del termómetro; con el desarrollo de la industria de materiales, se desarrollan nuevos materiales transparentes adecuados para el cilindro del reactor y los tubos para situar la fuente de luz en los mismos; se cambian las posiciones de los tubos para situar la fuente de luz en los mismos; etc.

REIVINDICACIONES

1. Un método fotoquímico para preparar intermitente o continuamente benceno sustituido con triclorometilo, **caracterizado por que** se hace reaccionar un compuesto aromático de fórmula $(X)_aC_6H_{6-a-b}(CH_3)_b$ o un cloruro de alquilo colgante del mismo como material de partida con cloro en condiciones de iluminación para preparar benceno sustituido con triclorometilo, en el que la iluminación tiene una longitud de onda entre 350 nm y 700 nm y una amplitud de longitud de onda de no más de 200 nm, y en el que la alimentación de cloro se inicia en condiciones de una temperatura de reacción de partida entre 0 °C y 85 °C y una iluminancia de partida entre 2000 Lux y 55000 Lux, para una primera etapa de reacción donde se controla la temperatura de reacción para que no sea mayor de 120 °C a la iluminancia; y a continuación se alimenta la cantidad restante de cloro a una temperatura de reacción mayor y/o bajo una iluminancia mayor hasta que se completa la reacción; en el que X es un átomo de cloro, bromo o flúor, "a" es un número entero seleccionado entre 0, 1, 2, 3, 4 y 5, "b" es un número entero seleccionado entre 1, 2, 3 y 4, y $a + b \leq 6$; y el cloruro de alquilo colgante se refiere a un compuesto donde los átomos de hidrógeno en los grupos alquilo colgantes en el compuesto aromático no están completamente sustituidos por átomos de cloro.
2. El método de la reivindicación 1, en el que el compuesto es m-dimetilbenceno o p-dimetilbenceno.
3. El método de la reivindicación 1 o 2, en el que la cantidad de cloro consumida en la primera etapa de reacción es al menos 1/6, preferentemente de 1/6 a 1/2, más preferentemente de 1/4 a 1/3 de la cantidad total del cloro requerido en la reacción.
4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que la temperatura de reacción en la primera etapa de reacción está entre 55 y 85 °C.
5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la iluminancia en la primera etapa de reacción está entre 5000 Lux y 55000 Lux, preferentemente entre 20000 Lux y 55000 Lux, más preferentemente entre 35000 Lux y 45000 Lux.
6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que en la reacción después de la primera etapa de reacción, se alimenta la cantidad restante de cloro a una temperatura de reacción mayor y una iluminancia mayor que la temperatura y la iluminancia reales usadas en la primera etapa de reacción, en el que la temperatura de reacción es no mayor de 350 °C, y la iluminancia es no más de 100000 Lux.
7. El método de la reivindicación 6, en el que la reacción después de la primera etapa de reacción se divide en una segunda etapa de reacción y una tercera etapa de reacción, en el que la segunda etapa de reacción se lleva a cabo a una temperatura de reacción no mayor de 160 °C y mayor que la que se usa realmente en la primera reacción, y a una iluminancia de no más de 70000 Lux y mayor que la que se usa realmente en la primera etapa de reacción, y la tercera etapa de reacción se lleva a cabo a una temperatura de reacción no mayor de 350 °C y mayor que la que se usa realmente en la segunda etapa de reacción, y a una iluminancia de no más de 100000 Lux y mayor que la que se usa realmente en la segunda reacción.
8. El método de la reivindicación 7, en el que la temperatura de reacción es no inferior a 120 °C y la iluminancia es no menos de 10000 Lux en la segunda etapa de reacción.
9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 7-8, en el que la temperatura de reacción es no inferior a 160 °C y la iluminancia es no menos de 50000 Lux en la tercera etapa de reacción.
10. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 7-9, en el que la cantidad de cloro consumida en la segunda etapa de reacción es de 1/4 a 2/5 de la cantidad total de cloro requerida en la reacción.
11. El método de la reivindicación 10, en el que la cantidad de cloro consumida en cada una de las tres etapas es 1/3 de la cantidad total de cloro requerida en la reacción.
12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en el que la fuente de luz es una lámpara LED.
13. El método de la reivindicación 12, en el que la lámpara LED es una lámpara LED azul con una longitud de onda entre 460 nm y 490 nm.
14. El método de la reivindicación 12 o 13, en el que la fuente de luz tiene una amplitud de longitud de onda de no más de 50 nm, preferentemente entre 10 y 30 nm, más preferentemente entre 10 y 25 nm.
15. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-14, en el que no se añaden disolvente ni iniciador en el sistema de reacción del método.
16. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-15, que comprende además una etapa de purificación de

destilación molecular, rectificación o recristalización después de completar la reacción de cloración.

17. Un método para preparar benceno sustituido con triclorometilo mediante destilación molecular, que comprende las siguientes etapas (1)-(3):

- 5 (A) preparar un benceno sustituido con triclorometilo en bruto de acuerdo con el método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-16;
 (B) purificar el benceno sustituido con triclorometilo en bruto mediante:

- 10 (1) tratamiento previo del benceno sustituido con triclorometilo para retirar componentes ligeros en el mismo;
 (2) sometimiento del benceno sustituido con triclorometilo tratado previamente en la etapa (1) a separación mediante destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 75 °C y 135 °C y una presión absoluta entre 3 Pa y 90 Pa, para obtener un destilado primario y un residuo primario; y
 15 (3) recogida del destilado primario de la etapa (2) para obtener benceno sustituido con triclorometilo, que opcionalmente se puede purificar adicionalmente.

18. El método de la reivindicación 17, en el que se **caracteriza por** lo siguiente:

- 20 (1) tratar previamente un benceno sustituido con triclorometilo en bruto para retirar componentes ligeros en el mismo;
 (2) operación a): someter el benceno sustituido con triclorometilo tratado previamente en la etapa (1) a separación mediante destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 75 °C y 135 °C y una presión absoluta entre 3 Pa y 90 Pa, para obtener un destilado primario y un residuo primario; y
 25 operación b): someter el destilado primario de la operación a) a un destilador molecular secundario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 80 °C y 145 °C y una presión absoluta entre 3 Pa y 90 Pa, para obtener un destilado secundario y un residuo secundario; y
 30 (3) recoger y combinar el destilado primario y el destilado secundario de la operación a) y la operación b) de la etapa (2) para obtener benceno sustituido con triclorometilo purificado, que opcionalmente se puede purificar adicionalmente.

19. El método de la reivindicación 17, en el que el benceno sustituido con triclorometilo es bis-(triclorometil)-benceno, que comprende las siguientes etapas (1)-(3):

- 35 (1) tratar previamente un crudo de bis-(triclorometil)-benceno para retirar componentes ligeros en el mismo;
 (2) someter el bis-(triclorometil)-benceno tratado previamente en la etapa (1) a separación mediante destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 85 °C y 135 °C y una presión absoluta entre 10 Pa y 70 Pa, para obtener un destilado primario y un residuo primario; y
 40 (3) recoger el destilado primario de la etapa (2) para obtener bis-(triclorometil)-benceno purificado, que opcionalmente se puede purificar adicionalmente.

20. El método de la reivindicación 19, que comprende las siguientes etapas (1)-(3):

- 45 (1) tratar previamente un bis-(triclorometil)-benceno en bruto para retirar componentes ligeros en el mismo;
 (2) operación a): someter el bis-(triclorometil)-benceno tratado previamente en la etapa (1) a separación mediante destilación en un destilador molecular primario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 85 °C y 135 °C y una presión absoluta entre 10 Pa y 70 Pa, para obtener un destilado primario y un residuo primario; y
 50 operación b): someter el destilado primario de la operación a) a un destilador molecular secundario a una temperatura de destilación molecular controlada entre 95 °C y 145 °C y una presión absoluta entre 10 Pa y 70 Pa, para obtener un destilado secundario y un residuo secundario; y
 55 (3) recoger y combinar el destilado primario y el destilado secundario de la operación a) y la operación b) de la etapa (2) para obtener bis-(triclorometil)-benceno purificado, que opcionalmente se puede purificar adicionalmente.

21. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 17-20, en el que el tratamiento previo en la etapa (1) es uno de evaporación de película delgada, destilación o rectificación.

60 22. El método de la reivindicación 21, en el que el tratamiento previo se lleva a cabo usando evaporación de película delgada a una temperatura de evaporación de película delgada controlada entre 90 °C y 150 °C y un grado de vacío entre 0,080 MPa y 0,098 MPa.

23. Un método para preparar bis-(cloroformil)-benceno, que comprende las siguientes etapas de:

- 65 a) preparar bis-(triclorometil)-benceno mediante cualquiera de los métodos de las reivindicaciones 1-16; y,

opcionalmente, purificar el bis-(triclorometil)-benceno mediante cualquiera de los métodos de las reivindicaciones 17-22; y

b) hacer reaccionar el bis-(triclorometil)-benceno obtenido en la etapa a) para preparar bis-(cloroformil)-benceno.

5 24. El método de la reivindicación 23, en el que se hace reaccionar bis-(triclorometil)-benceno con agua o ácido ftálico en la etapa b) para preparar bis-(cloroformil)-benceno.

25. El método de la reivindicación 23 o 24, en el que la etapa b) comprende además las siguientes etapas de:

10 i) fundir completamente el bis-(triclorometil)-benceno a temperatura elevada, añadir agua o ácido ftálico y un catalizador, y agitar uniformemente;
ii) calentar el sistema de reacción para mantener la reacción, y obtener el bis-(cloroformil)-benceno producto; y
iii) una etapa de purificación adicional.

15 26. El método de la reivindicación 25, en el que el catalizador en la etapa i) es un ácido de Lewis, por ejemplo, tricloruro de aluminio, cloruro de cinc, tricloruro férrico, preferentemente tricloruro férrico, y cuando el catalizador se hace reaccionar con agua en la etapa i), está presente una pequeña cantidad de ácido ftálico en la reacción.

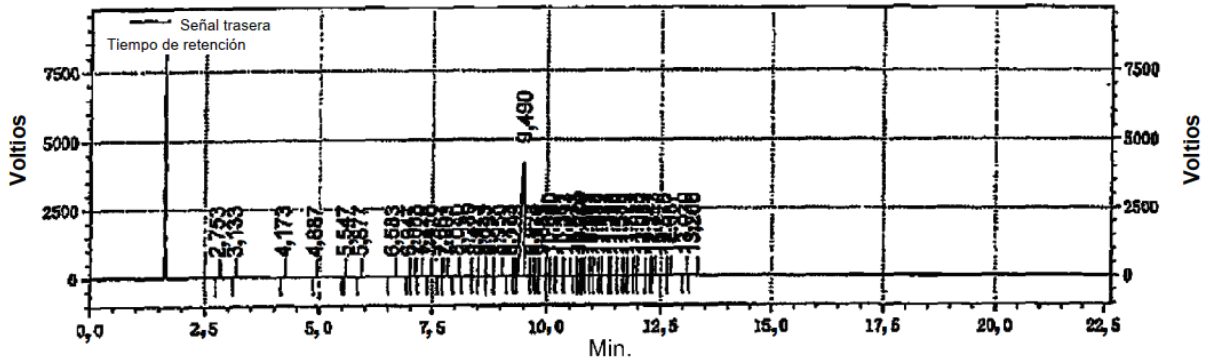
27. Un método para preparar bis-(cloroformil)-benceno, que comprende:

20 preparar bis-(cloroformil)-benceno mediante el método de la reivindicación 19 con una pureza de más de un 99 % y preferentemente más de un 99,2 %;
hacer reaccionar el bis-(triclorometil)-benceno con ácido ftálico de calidad industrial con una pureza de un 99,5 %.

25

Informe de porcentaje de área

Archivo de datos: D : \m-hexachloro\98-3.dat
 Método: E : \7820\method\hexachloro.met
 Tiempo de adquisición: 26-8-2012 20:28:13 (GMT +08:00)



Resultado de señal trasera Tiempo de retención	Área	Porcentaje de área	Altura del pico	Porcentaje de altura del pico
2,753	3100	0,00	1630	0,00
3,133	2122	0,00	1303	0,00
4,173	3404	0,00	1697	0,01
4,887	2337	0,00	1292	0,00
5,547	1483	0,00	985	0,00
5,877	2910	0,00	1527	0,00
6,583	55752	0,04	31714	0,09
6,947	15889	0,01	9383	0,03
7,083	12374	0,01	7173	0,02
7,220	4412	0,00	2336	0,01
7,410	2100	0,00	945	0,00
7,667	4311	0,00	2277	0,01
7,803	5963	0,00	1935	0,01
8,040	43094	0,03	23222	0,07
8,280	617871	0,43	345001	1,03
8,423	7387	0,01	2037	0,01
8,643	81789	0,06	42329	0,13
8,737	486139	0,34	245731	0,73
8,950	22394	0,02	9208	0,03
9,173	18729	0,01	4207	0,01
9,293	6835	0,00	3038	0,01
9,490	140381317	97,61	31638379	94,41
9,673	276614	0,19	157192	0,47
9,770	114981	0,08	64692	0,19
9,883	19765	0,01	7126	0,02
10,040	2317	0,00	1050	0,00
10,100	160903	0,11	87515	0,26
10,317	113708	0,08	64438	0,19

FIG. 1

ES 2 744 453 T3

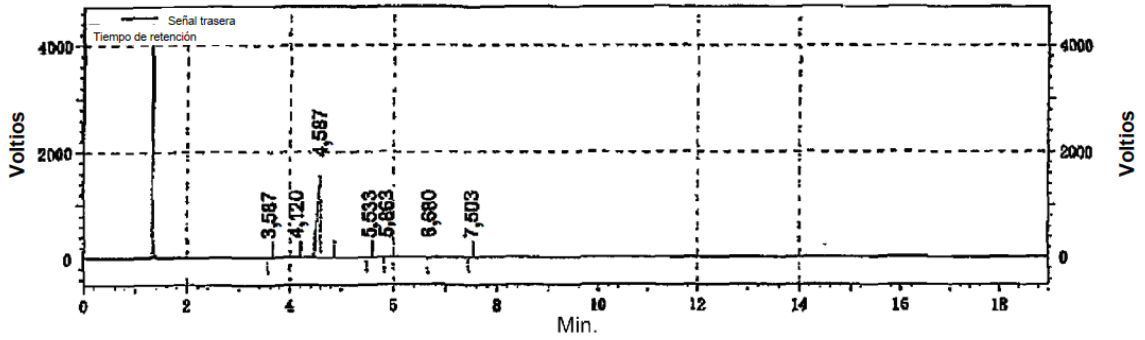
10,393	10907	0,01	4494	0,01
10,613	37542	0,03	20759	0,06
10,700	1029876	0,72	588302	1,76
10,763	12852	0,01	7459	0,02
10,863	32143	0,02	17369	0,05
10,967	5372	0,00	2641	0,01
11,080	6004	0,00	2935	0,01
11,177	2285	0,00	1259	0,00
11,317	10936	0,01	4963	0,01
11,393	5004	0,00	2187	0,01
11,450	84129	0,06	41432	0,12
11,583	45385	0,03	24012	0,07
11,723	1133	0,00	408	0,00
11,817	39572	0,03	21405	0,06
11,943	1754	0,00	770	0,00
12,087	5372	0,00	1954	0,01
12,247	9231	0,01	3889	0,01
12,313	4284	0,00	1843	0,01
12,570	2827	0,00	1229	0,00
12,687	1227	0,00	413	0,00
13,030	1535	0,00	753	0,00
13,200	4991	0,00	1504	0,00

Tota	143824361	100,00	33511352	100,00
------	-----------	--------	----------	--------

FIG. 1 continuación

Informe de porcentaje de área

Archivo de datos: D : \m-acetylchloride\122-1.dat
 Método: E : \7820\method\acetylchloride.met
 Tiempo de adquisición: 6-5-2013 19:29:37 (GMT +08:00)

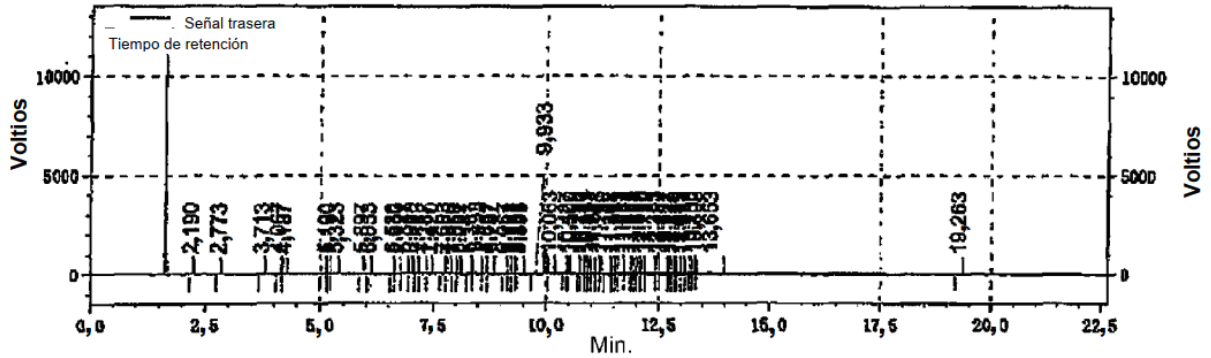


Resultado de señal trasera Tiempo de retención	Área	Porcentaje de área	Altura del pico	Porcentaje de altura del pico
3,587	1441	0,00	638	0,01
4,120	3241	0,01	1351	0,01
4,587	49517550	99,97	11836570	99,95
5,533	2741	0,01	1274	0,01
5,863	3264	0,01	951	0,01
6,680	3070	0,01	1377	0,01
7,503	1051	0,00	509	0,00
Total	49532358	100,00	11842670	100,00

FIG. 2

Informe de porcentaje de área

Archivo de datos: D : \p-hexachloro\70-3.dat
 Método: E : \7820\method\hexachloro.met
 Tiempo de adquisición: 25-4-2013 11:08:41 (GMT +08:00)



Resultado de señal trasera Tiempo de retención	Área	Porcentaje de área	Altura del pico	Porcentaje de altura del pico
2,190	54863	0,02	49225	0,12
2,773	3184	0,00	1896	0,00
3,713	5465	0,00	2446	0,01
4,067	215211	0,10	125971	0,31
4,187	4206	0,00	1525	0,00
5,100	5727	0,00	2517	0,01
5,150	1859	0,00	731	0,00
5,323	15772	0,01	8708	0,02
5,897	2098	0,00	1010	0,00
6,053	2709	0,00	826	0,00
6,580	157969	0,07	91684	0,23
6,653	115118	0,05	65399	0,16
6,847	25136	0,01	12703	0,03
6,990	8337	0,00	3704	0,01
7,113	4427	0,00	2222	0,01
7,287	1120	0,00	363	0,00
7,420	1828	0,00	733	0,00
7,693	22593	0,01	11974	0,03
7,820	3877	0,00	1676	0,00
7,960	2950	0,00	1258	0,00
8,067	16678	0,01	9170	0,02
8,307	1932	0,00	727	0,00
8,433	573231	0,25	323613	0,80
8,667	15739	0,01	7015	0,02
8,757	240014	0,11	82690	0,20
9,067	4007	0,00	947	0,00
9,183	10969	0,00	5068	0,01
9,267	99072	0,04	41465	0,10

FIG. 3

ES 2 744 453 T3

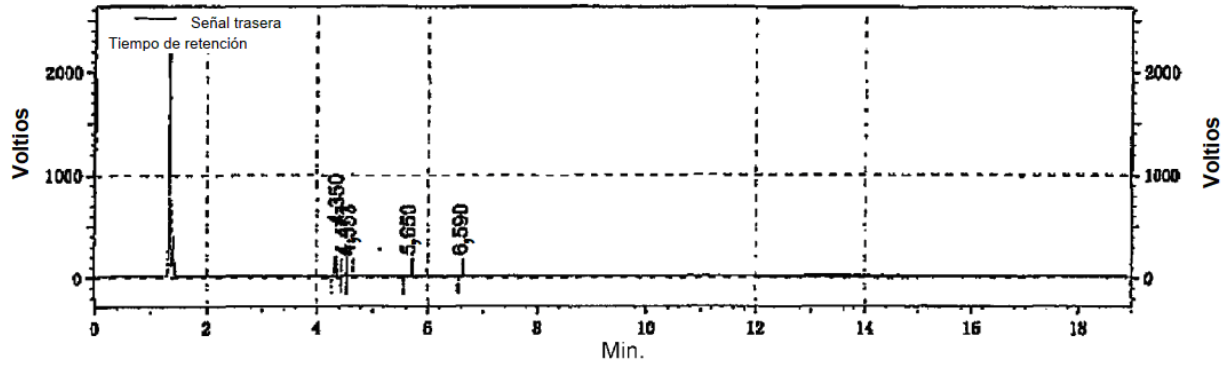
9,330	10555	0,00	5021	0,01
9,393	140353	0,06	59400	0,15
9,933	220472017	97,75	38700784	95,09
10,063	20196	0,01	9133	0,02
10,427	1482	0,00	501	0,00
10,500	2423	0,00	1565	0,00
10,720	3985	0,00	2287	0,01
10,787	83517	0,04	47390	0,12
10,873	14342	0,01	7415	0,02
10,923	25593	0,01	13161	0,03
11,027	985781	0,44	544030	1,34
11,103	51503	0,02	24884	0,06
11,190	1128	0,00	479	0,00
11,393	57998	0,03	31420	0,08
11,477	30861	0,01	14024	0,03
11,523	11826	0,01	4972	0,01
11,597	4814	0,00	1951	0,00
11,667	4123	0,00	1404	0,00
11,803	22963	0,01	9082	0,02
11,893	1445	0,00	693	0,00
11,967	9242	0,00	3557	0,01
12,030	73143	0,03	38032	0,09
12,130	26570	0,01	13043	0,03
12,363	199844	0,09	96678	0,24
12,457	11940	0,01	3063	0,01
12,627	212198	0,09	72957	0,18
12,727	13260	0,01	3941	0,01
12,810	24157	0,01	4209	0,01
12,943	33987	0,02	10125	0,02
13,033	12986	0,01	3204	0,01
13,143	20757	0,01	4558	0,01
13,200	8444	0,00	2900	0,01
13,303	16299	0,01	3153	0,01
13,653	1314666	0,58	104513	0,26
19,263	2007	0,00	374	0,00

Total	225542496	100,00	40701169	100,00
-------	-----------	--------	----------	--------

FIG. 3 Continuación

Informe de porcentaje de área

Archivo de datos: D : \m-acetylchloride\89-1.dat
 Método: E : \7820\method\acetylchloride.met
 Tiempo de adquisición: 31-5-2013 20:53:28 (GMT +08:00)

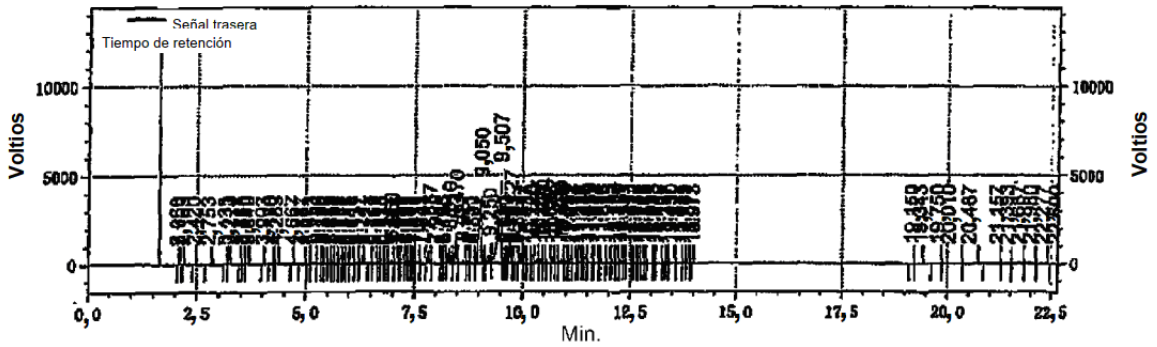


Resultado de señal trasera Tiempo de retención	Área	Porcentaie de área	Altura del pico	Porcentaje de altura del pico
4,350	4774843	99,96	2300874	99,97
4,477	660	0,01	275	0,01
4,553	248	0,00	126	0,00
5,650	2347	0,03	693	0,02
6,590	200	0,00	137	0,00
Total	4822698	100,00	2321605	100,00

FIG. 4

Informe de porcentaje de área

Archivo de datos: D : \p-hexachloro\110.dat
 Método: E : \7820\method\hexachloro.met
 Tiempo de adquisición: 24-9-2012 20:37:28 (GMT +08:00)



Resultado de señal trasera Tiempo de retención	Área	Porcentaje de área	Altura del pico	Porcentaje de altura del pico
2,060	4798	0,00	3792	0,00
2,163	1336	0,00	1066	0,00
2,420	1020	0,00	467	0,00
2,753	83563	0,02	52305	0,04
3,133	93259	0,02	56845	0,04
3,213	1152	0,00	542	0,00
3,487	1078	0,00	698	0,00
3,550	4813	0,00	2913	0,00
3,640	3847	0,00	1291	0,00
3,993	5256	0,00	3382	0,00
4,170	46222	0,01	24487	0,02
4,283	1568	0,00	586	0,00
4,667	3664	0,00	2155	0,00
4,887	35937	0,01	18877	0,01
5,073	5961	0,00	2493	0,00
5,153	102579	0,02	49938	0,04
5,250	7580	0,00	2382	0,00
5,360	1751	0,00	744	0,00
5,423	2135	0,00	790	0,00
5,553	1042	0,00	399	0,00
5,603	3239	0,00	1839	0,00
5,703	2003	0,00	1113	0,00
5,780	2135	0,00	1098	0,00
5,877	22047	0,01	10426	0,01
5,947	59620	0,01	34562	0,03
6,040	14761	0,00	8342	0,01
6,137	179764	0,04	101018	0,08
6,247	5003	0,00	1417	0,00

FIG. 5

6,477	54375	0,01	22959	0,02
6,560	41229	0,01	14731	0,01
6,673	10696	0,00	5282	0,00
6,723	18468	0,00	9452	0,01
6,847	13380	0,00	6622	0,01
6,960	2736658	0,65	1547849	1,22
7,067	49775	0,01	16586	0,01
7,150	7424	0,00	2982	0,00
7,213	43529	0,01	17578	0,01
7,303	35396	0,01	18186	0,01
7,353	26985	0,01	10139	0,01
7,413	11799	0,00	5587	0,00
7,470	23155	0,01	8945	0,01
7,537	454552	0,11	148377	0,12
7,643	33625	0,01	11050	0,01
7,837	10688699	2,53	5390532	4,24
7,980	1019874	0,24	369233	0,29
8,120	100704	0,02	41165	0,03
8,190	181109	0,04	78087	0,06
8,310	13576640	3,22	6229727	4,90
8,470	25047036	5,94	10963690	8,63
8,627	2802850	0,66	855565	0,67
8,753	488340	0,12	207660	0,16
8,833	539126	0,13	100118	0,08
9,050	113509563	26,91	29140124	22,94
9,250	11026987	2,61	3164113	2,49
9,507	165758676	39,30	35401567	27,87
9,557	694982	0,16	482661	0,38
9,620	25943	0,01	10766	0,01
9,727	26949928	6,39	11344936	8,93
9,793	246960	0,06	148956	0,12
9,863	511950	0,12	237587	0,19
9,947	8319602	1,97	4502163	3,54
10,057	398392	0,09	187635	0,15
10,170	597068	0,14	250851	0,20
10,220	104895	0,02	59778	0,05
10,337	3655031	0,87	2060355	1,62
10,420	3790991	0,90	1766589	1,39
10,477	267639	0,06	142179	0,11
10,627	559311	0,13	166635	0,13
10,717	4723187	1,12	2495012	1,96
10,770	544024	0,13	305746	0,24
10,880	3883034	0,92	1706289	1,34
10,980	1339506	0,32	708645	0,56
11,037	249549	0,06	119721	0,09
11,087	647555	0,15	317169	0,25
11,187	563044	0,13	284932	0,22
11,270	95233	0,02	46820	0,04
11,327	809770	0,19	430929	0,34
11,370	155564	0,04	89084	0,07
11,460	504253	0,12	157961	0,12
11,530	1786588	0,42	723105	0,57
11,643	320768	0,08	149024	0,12

FIG. 5 Continuación

ES 2 744 453 T3

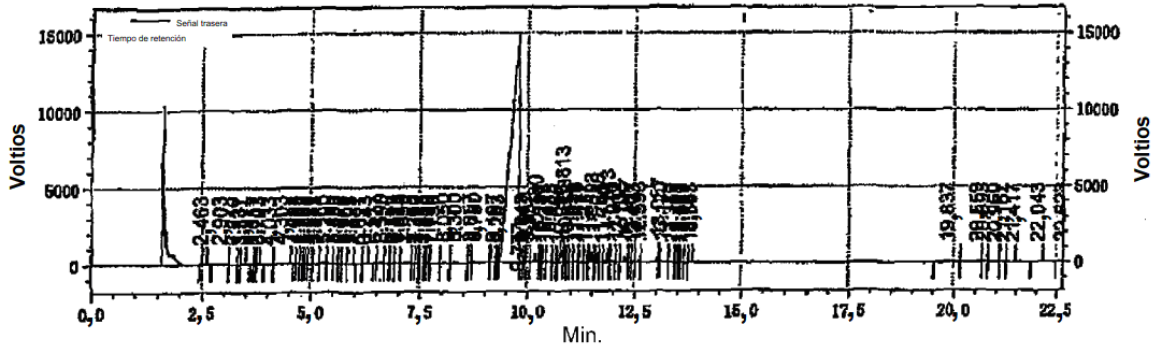
11,697	738612	0,18	172308	0,14
11,780	223791	0,05	115429	0,09
11,823	709440	0,17	217084	0,17
11,973	1309417	0,31	471363	0,37
12,107	1171749	0,28	506318	0,40
12,200	695096	0,16	247898	0,20
12,267	1646530	0,39	863357	0,68
12,357	87167	0,02	35159	0,03
12,453	865464	0,21	214617	0,17
12,577	349222	0,08	99505	0,08
12,700	107274	0,03	29211	0,02
12,773	235576	0,06	99996	0,08
12,843	143056	0,03	52132	0,04
12,993	1123144	0,27	357005	0,28
13,043	269927	0,06	117466	0,09
13,153	364789	0,09	93118	0,07
13,287	65165	0,02	24924	0,02
13,347	37010	0,01	15042	0,01
13,450	175818	0,04	62905	0,05
13,677	242850	0,06	78197	0,06
13,763	45180	0,01	17553	0,01
13,877	64893	0,02	24690	0,02
13,973	5444	0,00	2503	0,00
19,150	1418	0,00	364	0,00
19,343	7119	0,00	1164	0,00
19,750	28377	0,01	4108	0,00
20,010	77542	0,02	4863	0,00
20,487	51432	0,01	5069	0,00
21,157	69936	0,02	4888	0,00
21,393	32649	0,01	3566	0,00
21,687	47737	0,01	4852	0,00
21,980	56670	0,01	5955	0,00
22,277	21514	0,01	2151	0,00
22,600	14015	0,00	2185	0,00

Total	421827573	100,00	127026346	100,00
-------	-----------	--------	-----------	--------

FIG. 5 Continuación

Informe de porcentaje de área

Archivo de datos: D : \p-hexachloro\97-4-2
 Método: E : \7820\method\hexachloro.met
 Tiempo de adquisición: 22-8-2012 14:22:08 (GMT +08:00)



Resultado de señal trasera Tiempo de retención	Área	Porcentaje de área	Altura del pico	Porcentaje de altura del pico
2,463	2239	0,00	512	0,00
2,903	85727	0,01	9973	0,01
3,210	24576	0,00	3679	0,00
3,337	3423	0,00	973	0,00
3,417	3250	0,00	820	0,00
3,657	5273	0,00	1408	0,00
3,737	2262	0,00	766	0,00
3,793	2343	0,00	798	0,00
4,033	336044	0,02	81953	0,05
4,303	278844	0,02	71408	0,04
4,623	1150	0,00	502	0,00
4,703	6039	0,00	2337	0,00
4,787	4791	0,00	1497	0,00
4,833	3403	0,00	1281	0,00
4,920	15633	0,00	4998	0,00
4,987	63902	0,00	22473	0,01
5,073	20396	0,00	4899	0,00
5,290	10639	0,00	1791	0,00
5,490	5812	0,00	1373	0,00
5,553	13878	0,00	4980	0,00
5,670	7218	0,00	2855	0,00
5,760	2678	0,00	750	0,00
5,893	8583	0,00	1845	0,00
6,097	49092	0,00	15838	0,01
6,243	9489	0,00	2425	0,00
6,477	3946	0,00	1709	0,00
6,590	1519345	0,09	633207	0,37
6,720	24658	0,00	6284	0,00

FIG. 6

6,893	28420	0,00	11101	0,01
6,970	1263385	0,08	444183	0,26
7,090	501222	0,03	166292	0,10
7,360	5792	0,00	1793	0,00
7,427	9143	0,00	3119	0,00
7,533	6746	0,00	1997	0,00
7,630	10565	0,00	5529	0,00
7,670	19854	0,00	7139	0,00
7,790	320850	0,02	101588	0,06
8,050	2315485	0,14	747298	0,43
8,300	5668775	0,35	936913	0,54
8,657	2557683	0,16	837561	0,48
8,750	6222271	0,39	830094	0,48
9,197	612366	0,04	160288	0,09
9,293	138313	0,01	43996	0,03
9,777	1429916869	88,93	113627056	65,66
9,843	526706	0,03	346962	0,20
9,910	2389395	0,15	1429584	0,83
9,997	916008	0,06	609308	0,35
10,180	8927302	0,56	4359464	2,52
10,287	9853	0,00	3883	0,00
10,373	147065	0,01	56229	0,03
10,483	116551	0,01	29584	0,02
10,660	75697	0,00	24117	0,01
10,813	67607991	4,20	18980208	10,97
10,853	3409601	0,21	2575426	1,49
10,910	75250	0,00	34639	0,02
11,020	80942	0,01	21573	0,01
11,123	1516819	0,09	577241	0,33
11,277	26679	0,00	5894	0,00
11,357	113155	0,01	27738	0,02
11,503	16413581	1,02	5464607	3,16
11,640	13148275	0,82	5213043	3,01
11,740	52524	0,00	13807	0,01
11,873	17490809	1,09	7138116	4,13
11,970	1144041	0,07	558414	0,32
12,107	151848	0,01	44991	0,03
12,277	5403525	0,34	2407281	1,39
12,407	56269	0,00	14233	0,01
12,473	83567	0,01	21266	0,01
12,593	1957313	0,12	892571	0,52
13,057	9820495	0,61	2664866	1,54
13,120	3335473	0,21	613578	0,35
13,340	81692	0,01	18739	0,01
13,493	22848	0,00	6803	0,00
13,553	15571	0,00	5309	0,00
13,633	26566	0,00	6076	0,00
13,727	30424	0,00	9204	0,01
13,803	12400	0,00	4625	0,00
19,837	275474	0,02	16480	0,01
20,550	115737	0,01	5935	0,00
20,693	26495	0,00	4242	0,00
20,960	135229	0,01	16734	0,01

FIG. 6 Continuación

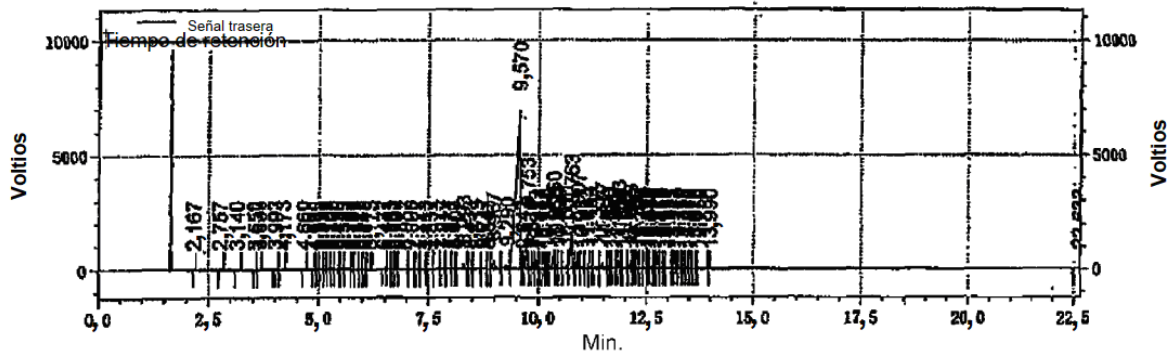
21,167	8138	0,00	1461	0,00
21,417	13357	0,00	1703	0,00
22,043	33074	0,00	4077	0,00
22,623	26606	0,00	5127	0,00

Tota	1607932717	100,00	173044419	100,00
------	------------	--------	-----------	--------

FIG. 6 Continuación

Informe de porcentaje de área

Archivo de datos: D : \p-hexachloro\105-5.dat
 Método: E : \7820\method\hexachloro.met
 Tiempo de adquisición: 17-9-2012 23:50:48 (GMT +08:00)



Resultado de señal trasera Tiempo de retención	Área	Porcentaje de área	Altura del pico	Porcentaje de altura del pico
2,167	2872	0,00	2556	0,00
2,757	28165	0,01	15300	0,01
3,140	54069	0,01	28488	0,02
3,550	10384	0,00	6773	0,01
3,633	1339	0,00	443	0,00
3,993	1994	0,00	1111	0,00
4,173	22104	0,00	11137	0,01
4,660	4906	0,00	2441	0,00
4,890	26541	0,01	14059	0,01
4,943	1490	0,00	846	0,00
5,057	5328	0,00	1838	0,00
5,150	1748	0,00	792	0,00
5,207	20557	0,00	11655	0,01
5,300	1022	0,00	323	0,00
5,430	1198	0,00	285	0,00
5,553	3272	0,00	1677	0,00
5,707	3047	0,00	1244	0,00
5,780	1875	0,00	1002	0,00
5,873	18318	0,00	6814	0,01
5,947	10337	0,00	5451	0,00
6,040	12017	0,00	7021	0,01
6,173	3567	0,00	1301	0,00
6,477	20173	0,00	11395	0,01
6,583	36153	0,01	14263	0,01
6,663	1735	0,00	672	0,00
6,737	4914	0,00	1953	0,00
6,957	199479	0,04	112424	0,10
7,090	6480	0,00	2092	0,00

FIG. 7

7,227	31391	0,01	16266	0,01
7,413	8116	0,00	2509	0,00
7,537	47327	0,01	24518	0,02
7,673	8387	0,00	2696	0,00
7,817	135102	0,03	66166	0,06
7,977	204302	0,04	93289	0,08
8,050	43911	0,01	22185	0,02
8,107	2845	0,00	1394	0,00
8,293	3456327	0,69	1663619	1,44
8,433	80427	0,02	29146	0,03
8,613	369121	0,07	86919	0,08
8,747	1252967	0,25	484801	0,42
8,843	34096	0,01	8303	0,01
8,967	8345052	1,67	2616654	2,27
9,290	5793160	1,16	777103	0,67
9,570	351362178	70,12	52919596	45,91
9,647	11933	0,00	6292	0,01
9,753	33201085	6,63	14176809	12,30
9,813	430248	0,09	283810	0,25
9,870	188027	0,04	102493	0,09
9,953	6176203	1,23	3545880	3,08
10,057	173991	0,03	96341	0,08
10,120	463124	0,09	246612	0,21
10,177	28103	0,01	16765	0,01
10,230	2217	0,00	1188	0,00
10,360	11932730	2,38	5901842	5,12
10,423	2451586	0,49	1275116	1,11
10,490	134637	0,03	75753	0,07
10,650	1981721	0,40	713370	0,62
10,763	30667460	6,12	11646703	10,10
10,907	11474861	2,29	5509163	4,78
10,987	522820	0,10	237476	0,21
11,093	331675	0,07	164281	0,14
11,193	1101938	0,22	611260	0,53
11,337	1609598	0,32	822830	0,71
11,477	6337052	1,26	2206155	1,91
11,600	1311392	0,26	651982	0,57
11,650	212134	0,04	108054	0,09
11,743	967841	0,19	311838	0,27
11,843	5098652	1,02	2606690	2,26
11,900	68928	0,01	34166	0,03
11,977	980388	0,20	248213	0,22
12,113	3104388	0,62	1524216	1,32
12,190	293835	0,06	101699	0,09
12,267	1493859	0,30	659034	0,57
12,360	174637	0,03	40482	0,04
12,463	891049	0,18	331574	0,29
12,533	239660	0,05	106525	0,09
12,587	1555603	0,31	708381	0,61
12,653	187727	0,04	85477	0,07
12,710	99859	0,02	45476	0,04
12,773	233562	0,05	65794	0,06
12,850	313795	0,06	96985	0,08

FIG. 7 Continuación

12,910	235652	0,05	82229	0,07
12,997	1615637	0,32	416275	0,36
13,117	138862	0,03	56224	0,05
13,163	191606	0,04	52695	0,05
13,240	244146	0,05	83372	0,07
13,353	74204	0,01	18880	0,02
13,457	114463	0,02	39178	0,03
13,500	109785	0,02	36747	0,03
13,620	100385	0,02	22200	0,02
13,673	28270	0,01	10487	0,01
13,750	63032	0,01	11001	0,01
13,990	2131	0,00	1453	0,00
22,633	8935	0,00	1442	0,00

Total	501055219	100,00	115279428	100,00
-------	-----------	--------	-----------	--------

FIG. 7 Continuación

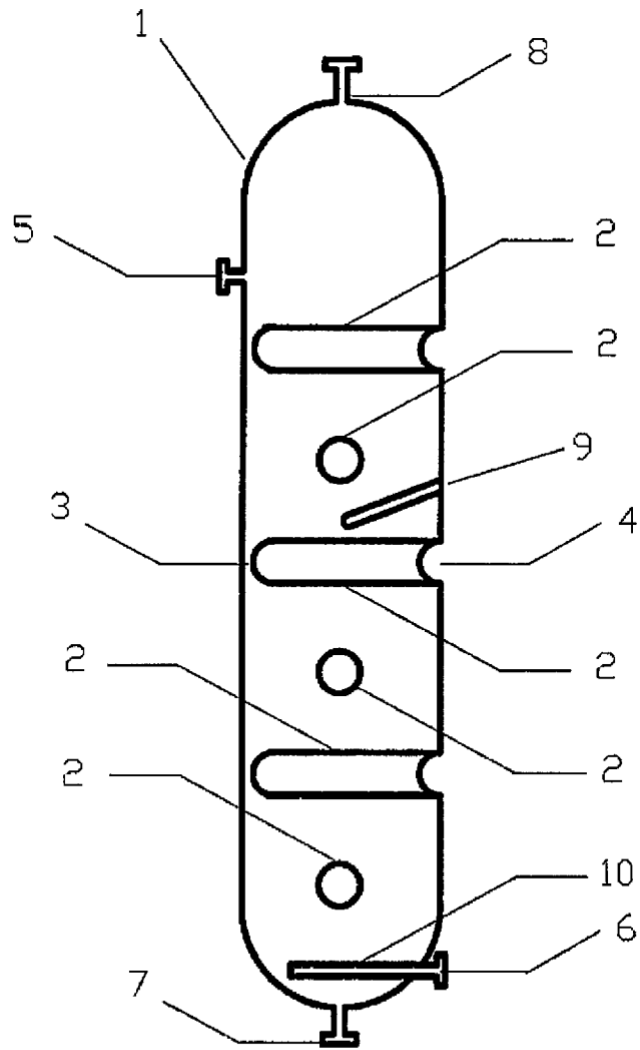


FIG. 8

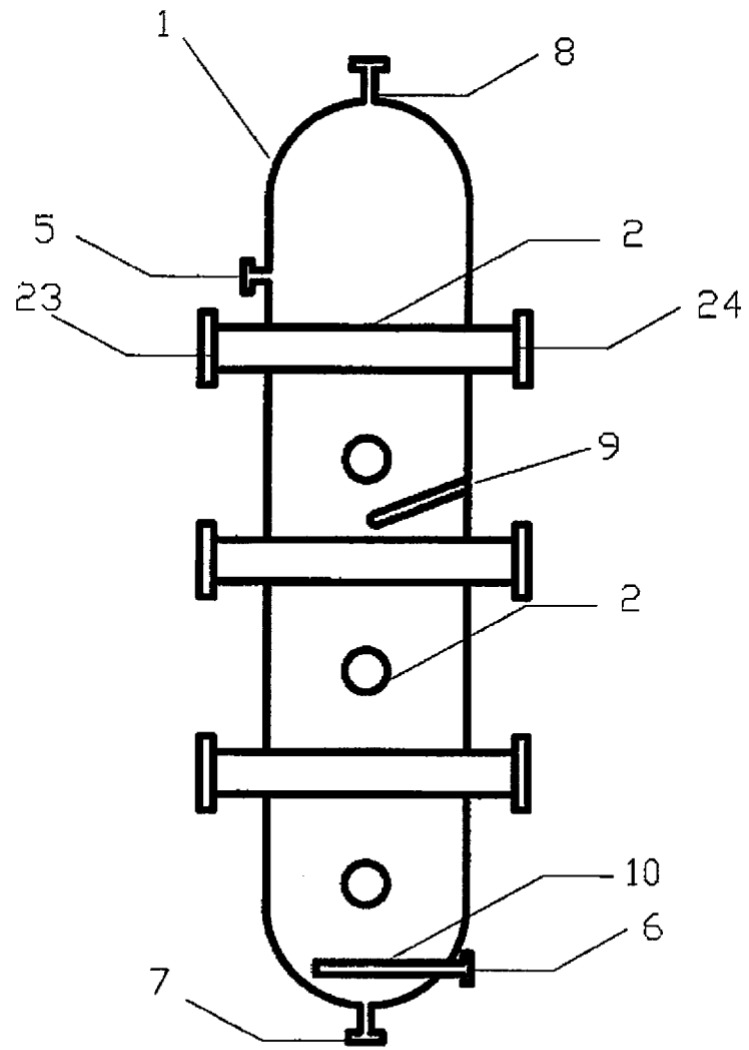


FIG. 9