

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 790 753**

51 Int. Cl.:

**C07C 17/25** (2006.01)  
**C07C 17/38** (2006.01)  
**C07C 17/383** (2006.01)  
**C07C 17/386** (2006.01)  
**C07C 17/395** (2006.01)  
**C07C 19/01** (2006.01)  
**C07C 21/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.02.2014** **E 16176359 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2020** **EP 3103785**

54 Título: **Método para recuperar hidrocarburos clorados**

30 Prioridad:

**12.02.2013 US 201361763583 P**  
**14.03.2013 US 201313831064**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**29.10.2020**

73 Titular/es:

**OCCIDENTAL CHEMICAL CORPORATION**  
**(100.0%)**  
**5005 LBJ Freeway Suite 1500**  
**Dallas TX 75244, US**

72 Inventor/es:

**DAWKINS, JOHN LEE;**  
**HOLLIS, DARRELL;**  
**KLAUSMEYER, RODNEY L.;**  
**KRAMER, KEITH S. y**  
**GARMON, MICHAEL ANDREW**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 790 753 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 recuperar hidrocarburos clorados

**Campo de la invención**

5 Las realizaciones de la presente invención se dirigen hacia un método para recuperar hidrocarburos clorados, especialmente cloropropanos, a partir de corrientes de reaccionantes brutos que contienen los hidrocarburos clorados.

**Antecedentes de la invención**

10 La patente de EE.UU. Nº 8.115.038 describe un método para producir 1,1,1,2,3-pentacloropropano a partir de 1,1,1,3-tetracloropropano calentando el 1,1,1,3-tetracloropropano en presencia de cloruro férrico y cloro. El producto de esta cloración directa es una mezcla que se conoce como líquido de 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto. Este producto bruto puede incluir, además del 1,1,1,2,3-pentacloropropano, cloruro férrico, 1,1,1,3-tetracloropropano, 1,1,3-tricloropropeno y 1,1,2,3-tetracloropropeno, así como hexacloropropeno.

15 La patente de EE.UU. Nº 8.115.038 describe que el 1,1,1,2,3-pentacloropropano puede tratarse directamente dentro de una columna de destilación reactiva para producir 1,1,2,3-tetracloropropeno. Como alternativa, esta patente describe que el 1,1,1,2,3-pentacloropropano puede purificarse adicionalmente. Si bien las técnicas convencionales para la purificación pueden ser evidentes para la persona experta, serían deseables técnicas comercialmente eficientes para separar el 1,1,1,2,3-pentacloropropano del líquido de 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto.

**Sumario de la invención**

20 Una o más realizaciones de la presente invención proporcionan un procedimiento para producir simultáneamente corrientes purificadas de 1,1,2,3-tetracloropropeno y 1,1,1,2,3-pentacloropropano, comprendiendo el procedimiento: proporcionar una corriente de producto bruto que contiene 1,1,1,2,3-pentacloropropano, donde la corriente de producto bruto incluye cloruro férrico; someter la corriente de producto bruto a destilación reactiva dentro de una columna de destilación que tiene una parte inferior y una altura en condiciones suficientes para formar un gradiente dentro de la columna, en donde la columna de destilación incluye un gradiente de 1,1,1,2,3-pentacloropropano dentro de la parte inferior de la columna y parte de la altura de la columna, donde el gradiente incluye una concentración máxima de 25 1,1,1,2,3-pentacloropropano en el fondo del gradiente y una concentración máxima de 1,1,2,3-tetracloropropeno en la parte superior del gradiente; y extraer el 1,1,1,2,3-pentacloropropano de la columna de destilación en una ubicación de una bandeja de extracción lateral dentro del gradiente próxima a la concentración máxima de 1,1,1,2,3-pentacloropropano dentro del gradiente, en donde se proporciona material de relleno en o cerca de la bandeja de extracción lateral para inhibir la entrada de cloruros de hierro en la corriente de 1,1,1,2,3-pentacloropropano extraída de la columna a través de la bandeja de extracción lateral.

**Breve descripción de los dibujos**

La figura 1 es una representación esquemática de un procedimiento para aislar 1,1,1,2,3-pentacloropropano de acuerdo con una o más realizaciones de la invención donde se usa una bandeja de extracción lateral en una columna de destilación reactiva.

**35 Descripción detallada de realizaciones ilustrativas**

En realizaciones de la presente invención, las técnicas de la presente invención proporcionan un procedimiento por el cual se puede producir tanto 1,1,1,2,3-pentacloropropano como 1,1,2,3-tetracloropropeno purificados en los niveles deseados. Procedimiento para producir 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto

40 En una o más realizaciones, se puede producir una corriente de producto bruto que contiene 1,1,1,2,3-pentacloropropano usando métodos conocidos. En una o más realizaciones, la corriente de producto bruto que contiene 1,1,1,2,3-pentacloropropano puede producirse dentro de un recipiente de reactor único donde el 1,1,1,3-tetracloropropano se convierte en 1,1,1,2,3-pentacloropropano en presencia de cloro y cloruro férrico.

Características del 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto

45 En una o más realizaciones, la corriente de producto bruto que contiene 1,1,1,2,3-pentacloropropano, que también puede denominarse 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto, incluye al menos 50% en peso, en otras realizaciones al menos 60% en peso, y en otras realizaciones al menos 70% en peso de 1,1,1,2,3-pentacloropropano. En realizaciones particulares, la corriente de producto bruto puede incluir de aproximadamente 50 a aproximadamente 90 o en otras realizaciones de aproximadamente 70 a aproximadamente 80% en peso de 1,1,1,2,3-pentacloropropano.

50 Según la invención, la corriente de producto bruto también incluye cloruro férrico. En una o más realizaciones, la corriente de producto bruto incluye al menos 10 ppm, en otras realizaciones al menos 25 ppm, en otras realizaciones al menos 50 ppm, en otras realizaciones al menos 80 ppm y en otras realizaciones al menos 100 ppm en peso de cloruro férrico. En realizaciones particulares, la corriente de producto bruto incluye de aproximadamente 50 a aproximadamente 500 ppm o en otras realizaciones de aproximadamente 70 a aproximadamente 200 ppm en peso

de cloruro férrico.

5 En una o más realizaciones, la corriente de producto bruto también incluye tetracloruro de carbono. En una o más realizaciones, la corriente de producto bruto incluye como máximo 50% en peso, en otras realizaciones como máximo 30% en peso y en otras realizaciones como máximo 20% en peso de tetracloruro de carbono. En realizaciones particulares, la corriente de producto bruto incluye de aproximadamente 5 a aproximadamente 30% en peso o en otras realizaciones de aproximadamente 10 a aproximadamente 20% en peso de tetracloruro de carbono.

10 En una o más realizaciones, la corriente de producto bruto también incluye 1,1,1,3-tetracloropropano. En una o más realizaciones, la corriente de producto bruto incluye como máximo 20% en peso, en otras realizaciones como máximo 10% en peso y en otras realizaciones como máximo 5% en peso de 1,1,1,3-tetracloropropano. En realizaciones particulares, la corriente de producto bruto incluye de aproximadamente 0 a aproximadamente 5% en peso o en otras realizaciones de aproximadamente 0 a aproximadamente 2,5% en peso de 1,1,1,3-tetracloropropano.

Realización de la presente invención - Extracción lateral

15 En una realización de la presente invención, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano se aísla de una corriente de producto bruto que incluye el 1,1,1,2,3-pentacloropropano usando una bandeja de extracción lateral colocada cerca de la parte inferior de una columna empaquetada en donde la destilación reactiva de la corriente de 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto se destila de forma reactiva. Este procedimiento aprovecha el hecho de que el 1,1,1,2,3-pentacloropropano tiene una presión de vapor más baja (es decir, un punto de ebullición más alto) que el 1,1,2,3-tetracloropropano, el último de los cuales se produce por deshidrocloración dentro de la columna de destilación reactiva. Por lo tanto, la columna de destilación reactiva incluye un gradiente de 1,1,1,2,3-pentacloropropano dentro de la parte inferior de la columna y parte de la altura de la columna, existiendo la mayor concentración de 1,1,1,2,3-pentacloropropano en la parte inferior de la columna. La bandeja de extracción lateral se coloca en una ubicación cerca de la parte superior de este gradiente. Según la invención, se proporciona suficiente material de relleno en o cerca de la bandeja de extracción para inhibir la entrada de cloruros de hierro en la corriente de 1,1,1,2,3-pentacloropropano que sale de la columna a través de la extracción lateral. En una o más realizaciones, el gradiente está definido por el empaquetamiento de la columna. Como entiende la persona experta, este empaquetamiento de la columna puede incluir materiales de relleno estructurados, tales como materiales de relleno estructurados de metales. En otras realizaciones, el gradiente está definido por el diseño de la columna.

20 Un ejemplo de esta realización se muestra en la Fig. 1. En una o más realizaciones, la corriente de 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto 12 entra en la columna de destilación reactiva 100 por un bucle de recirculación 104. Como con las realizaciones anteriores, se puede añadir cloruro férrico 71 a la corriente 12. La columna 100 funciona en condiciones de temperatura y presión suficientes para deshidroclorar el 1,1,1,2,3-pentacloropropano a 1,1,2,3-tetracloropropano.

25 En una o más realizaciones, la columna de destilación reactiva 100 funciona a una temperatura de al menos 60°C, en otras realizaciones al menos 100°C, y en otras realizaciones al menos 150°C. En estas u otras realizaciones, la columna de destilación reactiva 100 funciona a temperaturas como máximo de 200°C, en otras realizaciones como máximo 150°C, y en otras realizaciones como máximo 100°C.

30 Como se muestra en la Fig. 1, la columna 100 incluye el relleno de columna 106, y una bandeja de extracción lateral 110 en o cerca de la parte inferior 112 del relleno de columna 106. Se cree que el 1,1,1,2,3-pentacloropropano se concentra dentro de la columna 100 y es capturado por la bandeja 110 antes de regresar a la cámara inferior 114 de la columna 100. Se cree que el material condensado 117 capturado en la bandeja 110 incluye 1,1,1,2,3-pentacloropropano concentrado y se retira de la columna 100 por la corriente de extracción lateral 116, que también puede denominarse extracción inferior 116. En una o más realizaciones, la corriente 116 ventajosamente puede estar sustancialmente exenta de cloruro férrico u otros materiales catalíticos que podrían promover la deshidrocloración del 1,1,1,2,3-pentacloropropano y, por lo tanto, se puede realizar un fraccionamiento eficiente de la corriente 116. La expresión "sustancialmente exenta de cloruro férrico" se refiere a esa cantidad de cloruro férrico o menos que no tendrá un impacto apreciable en la capacidad de fraccionar aún más el 1,1,1,2,3-pentacloropropano de otros constituyentes dentro de la corriente 116. En realizaciones particulares, la corriente 116 incluye menos de 100 ppm, en otras realizaciones menos de 10 ppm, en otras realizaciones menos de 5 ppm y en otras realizaciones menos de 1 ppm en peso de cloruro férrico.

35 De la parte superior 118 de la columna 100 sale la corriente de productos volátiles 120, que incluye 1,1,2,3-tetracloropropano. La fracción de productos volátiles 120 puede condensar y recogerse de la columna 100 como una corriente de condensado 125 (que es rica en 1,1,2,3-tetracloropropano) o la fracción de productos volátiles 120 se puede dirigir a una unidad de compresión y recuperación 124 donde la fracción de productos volátiles 120 puede condensar al menos parcialmente y combinarse con la corriente de condensado 125. Los productos volátiles que salen de la unidad de compresión y recuperación 124 se pueden dirigir a un incinerador 127.

40 La fracción inferior 126 de la columna de destilación reactiva 100 se puede dirigir a la purga de fracciones pesadas 128. En una o más realizaciones, una parte de la fracción inferior 126, especialmente la fracción que se cree que contiene cloruros de hierro, se puede recircular de nuevo a uno o más procedimientos donde se emplea cloruro férrico.

Por ejemplo, los cloruros de hierro 129 se pueden recircular de vuelta a un reactor en el que se produce el producto bruto 12.

5 Por consiguiente, el procedimiento de esta realización produce dos corrientes enriquecidas; la primera corriente (p. ej., la corriente 116) incluye 1,1,1,2,3-pentacloropropano concentrado y la segunda corriente (p. ej., la corriente 125) incluye 1,1,2,3-tetracloropropano concentrado. Como con otras realizaciones, estas dos corrientes pueden purificarse adicionalmente para producir corrientes purificadas de 1,1,1,2,3-pentacloropropano y 1,1,2,3-tetracloropropano, respectivamente.

10 Por ejemplo, en una o más realizaciones, la extracción inferior 116 y el condensado 125 pueden fraccionarse adicionalmente para eliminar compuestos que son más ligeros que el 1,1,2,3-tetracloropropano (y el 1,1,1,2,3-pentacloropropano). Por ejemplo, las corrientes 116 y 125 se pueden dirigir por separado e individualmente a una columna de destilación 132 para fraccionamiento adicional. Ventajosamente, se puede usar una sola columna, tal como la columna 132, en donde la corriente 125 (que es rica en 1,1,2,3-tetracloropropano) se dirige a una ubicación elevada en la columna 132 y la corriente 116 (que es rica en 1,1,1,2,3-pentacloropropano) se dirige a una ubicación inferior en la columna 132.

15 En una o más realizaciones, la columna de destilación 132 puede funcionar a o bajo presiones mayores de 0,051 bar (0,050 atmósferas), en otras realizaciones mayores de 0,071 bar (0,070 atmósferas), en otras realizaciones mayores de 0,096 bar (0,095 atmósferas), y en otras realizaciones mayores de 0,106 bar (0,105 atmósferas). En estas u otras realizaciones, la columna 132 puede funcionar a o bajo presiones inferiores a 0,253 bar (0,250 atmósferas), en otras realizaciones inferiores a 0,172 bar (0,170 atmósferas), en otras realizaciones inferiores a 0,132 bar (0,130 atmósferas) y en otras realizaciones inferiores a 0,111 bar (0,110 atmósferas). En realizaciones particulares, la columna de destilación 132 funciona de aproximadamente 0,051 bar (0,050 atmósferas) a aproximadamente 0,253 bar (0,250 atmósferas) o en otras realizaciones de aproximadamente 0,096 bar (0,095 atmósferas) a aproximadamente 0,132 bar (0,130 atmósferas).

25 Como se muestra en la Fig. 1, la fracción de productos volátiles 133 de la columna de destilación 132 puede incluir aquellos compuestos más volátiles que el 1,1,1,2,3-pentacloropropano y el 1,1,2,3-tetracloropropano, y estos compuestos pueden eliminarse del procedimiento como purga de fracción ligera 134.

30 La fracción inferior 135 de la columna de destilación 132, que incluye tanto 1,1,1,2,3-pentacloropropano como 1,1,2,3-tetracloropropano, puede fraccionarse adicionalmente para aislar el producto 1,1,2,3-tetracloropropano, que es más volátil que el 1,1,1,2,3-pentacloropropano. Por ejemplo, la fracción inferior 135 se puede dirigir a una segunda columna de destilación 136.

35 En una o más realizaciones, la segunda columna de destilación 136 puede funcionar a presiones mayores que 0,051 bar (0,050 atmósferas), en otras realizaciones mayores que 0,071 bar (0,070 atmósferas), en otras realizaciones mayores que 0,096 bar (0,095 atmósferas), y en otras realizaciones mayores de 0,106 bar (0,105 atmósferas). En estas u otras realizaciones, la columna de destilación 136 puede funcionar a presiones inferiores a 0,253 bar (0,250 atmósferas), en otras realizaciones inferiores a 0,172 bar (0,170 atmósferas), en otras realizaciones inferiores a 0,132 bar (0,130 atmósferas), y en otras realizaciones inferiores a 0,111 bar (0,110 atmósferas). En realizaciones particulares, la segunda columna de destilación 136 funciona de aproximadamente 0,051 bar (0,050 atmósferas) a aproximadamente 0,253 bar (0,250 atmósferas) o en otras realizaciones de aproximadamente 0,096 bar (0,095 atmósferas) a aproximadamente 0,132 bar (0,130 atmósferas).

40 En una o más realizaciones, la segunda columna de destilación 136 funciona en condiciones para aislar el 1,1,2,3-tetracloropropano en una fracción de productos volátiles 139 donde el producto 1,1,2,3-tetracloropropano 140 puede aislarse y recogerse. La fracción inferior 138 de la segunda columna de destilación 136, que contiene el producto 1,1,1,2,3-pentacloropropano, puede fraccionarse adicionalmente para aislar el 1,1,1,2,3-pentacloropropano de otros compuestos dentro de la fracción inferior 138. Por ejemplo, la fracción inferior 138 se puede dirigir a una tercera columna de destilación 142.

45 En una o más realizaciones, la tercera columna de destilación 142 puede funcionar a presiones mayores de 0,051 bar (0,050 atmósferas), en otras realizaciones mayores de 0,071 bar (0,070 atmósferas), en otras realizaciones mayores de 0,096 bar (0,095 bar), y en otras realizaciones mayores de 0,106 bar (0,105 atmósferas). En estas u otras realizaciones, la tercera columna de destilación 142 puede funcionar a o bajo presiones inferiores a 0,253 bar (0,250 atmósferas), en otras realizaciones menores de 0,172 bar (0,170 atmósferas), en otras realizaciones menores de 0,132 bar (0,130 atmósferas), y en otras realizaciones menores de 0,111 bar (0,110 atmósferas). En realizaciones particulares, la tercera columna de destilación 142 puede funcionar de aproximadamente 0,051 bar (0,050 atmósferas) a aproximadamente 0,253 bar (0,250 atmósferas) o en otras realizaciones de aproximadamente 0,096 bar (0,095 atmósferas) a aproximadamente 0,132 bar (0,130 atmósferas).

55 Los compuestos que tienen un punto de ebullición inferior al 1,1,1,2,3-pentacloropropano pueden formar una fracción de productos volátiles 143 y extraerse de la tercera columna de destilación 142 como purga de fracción media 144. Un ejemplo de un compuesto que tiene un punto de ebullición inferior al 1,1,1,2,3-pentacloropropano que es probable que se extraiga como purga de fracción media 144 es el pentacloropropano. La fracción inferior 147 de la tercera

columna de destilación 142 se elimina como purga de fracción pesada 146. El producto 1,1,1,2,3-pentacloropropano 150 deseado se extrae de la tercera columna de destilación 142 como corriente 148.

### Ejemplos

- 5 Con el fin de demostrar la práctica de la presente descripción, se han preparado y probado los siguientes ejemplos. Sin embargo, los ejemplos no deben considerarse como limitantes del alcance de la presente descripción. Las reivindicaciones servirán para definir la invención.

10 Los experimentos de muestra expuestos en la presente memoria se llevaron a cabo dentro de una columna de destilación de laboratorio Pyrex con camisa de vacío, d.i. 20 mm, 25 platos, equipada con un matraz de fondo de 1 litro y medios para operar a presión subatmosférica. Una cabeza de reflujo de tipo cubo oscilante permitía la extracción controlada del producto de cabeza. El matraz de fondo de la columna de destilación se cargó, como un lote, con 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto, que se preparó de acuerdo con las enseñanzas de la patente de EE.UU. N° 8.115.038. La Tabla I proporciona la cantidad de bruto utilizado en cada ejemplo junto con las cantidades relativas de algunos componentes relevantes del mismo. La presión de la columna se ajustó a aproximadamente 0,24-0,27 bar (0,24-0,27 atmósferas), y se aplicó suficiente calor al matraz de fondo para refluir el líquido en la columna (p. ej., 15 aproximadamente 140-150°C). La destilación se llevó a cabo durante varias horas. Se evaluó la tasa de formación del 1,1,2,3-tetracloropropeno, según lo indicado por una medición dentro de un intervalo de tiempo especificado, y los datos representativos se presentan en la Tabla I.

Tabla I

Muestra	1*	2*	3*	4*	5*
Inhibidor	N/A	TBP	TBP	Dodecano	Dodecano
Cantidad de inhibidor (ppm en peso)	N/A	1532	155	1078	2215
Relación molar de inhibidor:cloruro férrico	N/A	10:1	1:1	10:1	20:1
Peso de la muestra (g)	1118,6	1162,2	1096,8	1011,1	943,6
1,1,1,2,3-pentacloropropano (%)	77,725	77,725	77,725	78,006	77,984
Cloruro Férrico (ppm)	93	93	93	93	93
1,1,2,3-tetracloropropeno (%)	0,643	0,643	0,643	0,667	0,755
1, 1,2,3-tetracloropropeno de cabeza					
1-4 horas de reflujo (%)	25,441	2,817	2,974	6,552	4,706
4-6 horas de reflujo (%)	12,725	1,003	0,901	3,005	1,578

\* No según la presente invención

- 20 Como se indica en general en la Tabla I, en ausencia de un inhibidor, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano se convertía fácilmente en 1,1,2,3-tetracloropropeno como resultado del procedimiento de destilación; es decir, tenía lugar la deshidrocloración. Sin embargo, cuando estaba presente TBP, incluso en cantidades tan bajas como 1 mol de TBP por mol de cloruro férrico se inhibía ventajosamente la deshidrocloración a 1,1,2,3-tetracloropropeno. Se obtuvieron resultados ventajosos similares en presencia de dodecano, aunque el análisis muestra que mayores cantidades de 25 dodecano pueden ser deseables para lograr una inhibición más apreciable de la reacción de deshidrocloración.

30 En un segundo experimento, que usaba en general el mismo equipo de laboratorio usado en el primer experimento, el 1,1,1,2,3-pentacloropropano bruto, preparado de acuerdo con las enseñanzas de la patente de EE.UU. N° 8.115.038, se sometió a destilación a baja presión. Específicamente, la presión objetivo era de 0,03 bar (0,03 atmósferas), aunque los límites del diseño experimental inicialmente impidieron alcanzar ese objetivo. Los detalles del experimento se proporcionan en la Tabla II. En particular, la destilación se llevó a cabo durante varias horas, y se determinó la tasa de 1,1,2,3-tetracloropropeno dentro del producto de cabeza como se proporciona en la Tabla II.

TABLA II (No según la presente invención)

Muestra analizada/tiempo de reflujo (h)	Carga (t = 0)	t = 0,88	t = 3,10	t = 4,67	t = 6,65
1,1,1,2,3-pentacloropropano (%)	1,024	0,046	8,308	0,426	0,102
Cloruro Férrico (ppm)	131	-	-	-	-
1,1,2,3-tetracloropropeno (%)	78,810	4,234	87,318	99,480	99,877
Presión	N/A	0,14	0,05	0,03	0,03

Como se muestra en general en la Tabla II, la destilación a bajas temperaturas inhibió la conversión del 1,1,1,2,3-pentacloropropano a 1,1,2,3-tetracloropropeno; es decir, se inhibió la deshidrocloración.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para producir simultáneamente corrientes purificadas de 1,1,2,3-tetracloropropeno y 1,1,1,2,3-pentacloropropano, comprendiendo el procedimiento:

5 a. proporcionar una corriente de producto bruto que contiene 1,1,1,2,3-pentacloropropano, donde la corriente de producto bruto incluye cloruro férrico;

10 b. someter la corriente de producto bruto a destilación reactiva dentro de una columna de destilación que tiene una parte inferior y una altura, en condiciones suficientes para formar un gradiente dentro de la columna, en donde la columna de destilación incluye un gradiente de 1,1,1,2,3-pentacloropropano dentro del parte inferior de la columna y parte de la altura de la columna, donde el gradiente incluye una concentración máxima de 1,1,1,2,3-pentacloropropano en la parte inferior del gradiente y una concentración máxima de 1,1,2,3-tetracloropropeno en la parte superior del gradiente; y

15 c. extraer el 1,1,1,2,3-pentacloropropano de la columna de destilación en una ubicación de una bandeja de extracción lateral dentro del gradiente próxima a la concentración máxima de 1,1,1,2,3-pentacloropropano dentro del gradiente, en donde se proporciona material de relleno en o cerca de la bandeja de extracción lateral para inhibir que los cloruros de hierro entren en la corriente de 1,1,1,2,3-pentacloropropano extraída de la columna por la bandeja de extracción lateral.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el material de relleno es un material de relleno estructurado de metales.

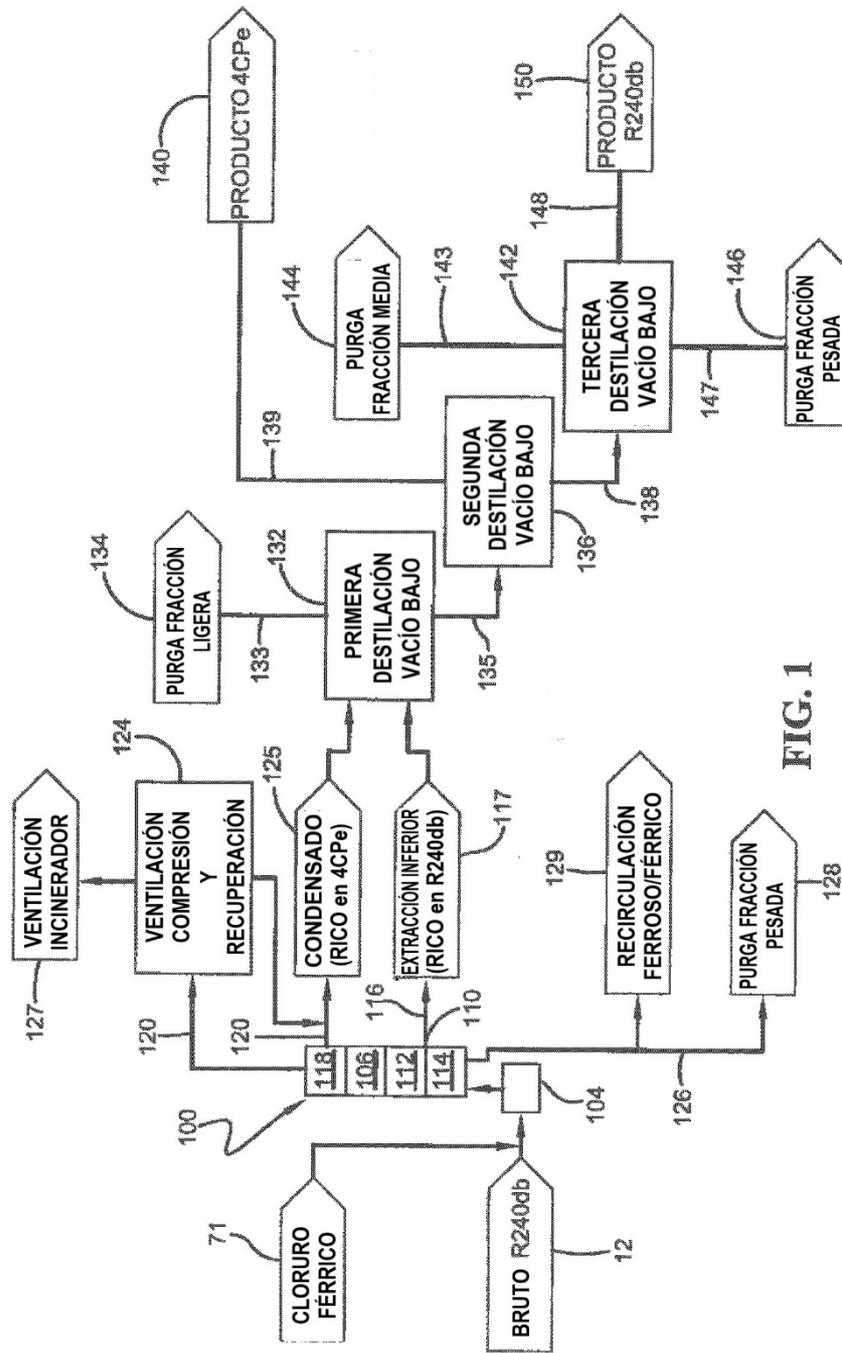


FIG. 1