

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>7</sup>

C07D307/89

## [12] 发明专利申请公开说明书

C07C 63/16 C07C 51/573

C07C 51/42 C07C 51/44

[21] 申请号 01110204.7

[43]公开日 2001年10月24日

[11]公开号 CN 1318543A

[22]申请日 2001.4.2 [21]申请号 01110204.7

[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街159号

[72]发明人 丁孟贤 高连勋 张 劲

权利要求书1页 说明书3页 附图页数0页

[54]发明名称 氯代苯酐及氯代邻苯二甲酸粗产物的精馏前处理方法

[57]摘要

本发明属于氯代苯酐及氯代邻苯二甲酸粗产物的精馏前处理方法。该方法是使用一种带水剂兼溶剂又与水不相溶的物质:甲苯、二甲苯、氯苯或氯代邻二甲苯和粗产物混合加热,利用共沸蒸馏将粗产物中所含的水分和盐酸带出,在分水器中分层后将带水剂循环使用;当水分和盐酸带尽后,将含有少量溶剂的残留物料打入异构体精馏釜,就可以进行3-氯代苯酐和4-氯代苯酐异构体的分离。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

知识产权出版社出版

## 权利要求书

---

1. 一种氯代苯酚及氯代邻苯二甲酸粗产物的精馏前处理方法，其特征在于用于将氯代苯酚或氯代邻苯二甲酸粗产物和一种带水剂兼溶剂又与水不相溶的物质：甲苯、二甲苯、氯苯或氯代邻二甲苯混合加热，在分水器中分层后将带水剂循环使用；将剩余的带水剂兼溶剂蒸出，将含有少量溶剂的残留物料打入异构体精馏釜，进行3-氯代苯酚和4-氯代苯酚异构体的分离；带水剂兼溶剂与氯代苯酚或氯代邻苯二甲酸粗产物的重量比为0.2—2倍。

# 说明书

---

## 氯代苯酐及氯代邻苯二甲酸粗产物的精馏前处理方法

本发明属于氯代苯酐及氯代邻苯二甲酸粗产物的精馏前处理方法。

氯代苯酐是合成高性能高分子材料聚酰亚胺、燃料中间体氯代蒽醌及农药和药物的重要原料。氯代邻二甲苯经气相或液相氧化可以得到氯代苯酐。单氯代邻二甲苯存在 3-氯代邻二甲苯和 4-氯代邻二甲苯两个异构体，这两个异构体因为沸点太接近而难以用精馏方法分离，而氧化后的 3-氯代苯酐和 4-氯代苯酐两者的异构体的沸点有 20—30℃之差，可以用精馏方法分离（中国专利：96122195.x）。气相氧化产物中由于深度氧化而产生氯化氢和水及二氧化碳，氯化氢和水在冷却后形成盐酸。氯代苯酐在水分存在下水解得到的氯代邻苯二甲酸，液相氧化的产物就是氯代邻苯二甲酸，由于氯的活化，氯代邻苯二甲酸的酸性也很强。因此将这些粗产物精馏时都会对设备造成严重的腐蚀。

本发明的目的是提供一种氯代苯酐及氯代邻苯二甲酸粗产物的精馏前处理方法，该方法使氯代苯酐及氯代邻苯二甲酸粗产物精馏时避免酸性物质对设备腐蚀的前处理方法。

本发明是将氯代苯酐或氯代邻苯二甲酸粗产物和一种带水剂兼溶剂又与水不相溶的物质：甲苯、二甲苯、氯苯或氯代邻二甲苯混合加热，粗产物中所含的水分和盐酸及加热氯代邻苯二甲酸脱水形成的水由带水剂带出，在分水器中分层后将带水剂循环使用；氯代苯酐则溶于兼带水剂的溶剂中，当水分和盐酸带尽后，剩下的就是没有腐蚀性的氯代苯酐溶液，将

剩余的带水剂兼溶剂尽量蒸出后将含有少量溶剂的残留物料打入异构体精馏釜，就可以进行 3-氯代苯酐和 4-氯代苯酐异构体的分离；本发明中带水剂兼溶剂与氯代苯酐或氯代邻苯二甲酸粗产物的重量比为 0.2—2 倍；带水剂兼溶剂的馏出温度为共沸物的沸点到带水剂的沸点，当沸点达到带水剂的沸点时，物料中的水分就已基本除尽。

#### 实施例 1

将粗氯代苯酐 500kg 和 1000kg 甲苯在 3000L 预处理釜中搅拌加热，甲苯和水的共沸物在 90℃开始蒸出，馏液在分水器中分层后将处于上层的甲苯放回釜中，下层酸水放出中和处理后排放，到馏出物的沸点达到 110℃，馏出的甲苯中不再含水，然后将釜中的甲苯尽量蒸出后，再将残留的含少量甲苯的氯代苯酐打到精馏釜中进行异构体分离。

#### 实施例 2

将粗氯代苯酐 1000kg 和 500kg 二甲苯在 3000L 预处理釜中搅拌加热，共沸物在 95℃开始蒸出，馏液在分水器中分层后将处于上层的邻二甲苯放回釜中，下层酸水放出中和处理后排放，到馏出物的沸点达到 144℃，馏出的邻二甲苯不再含水时将釜中的邻二甲苯尽量蒸出后，再将残留的含少量邻二甲苯的氯代苯酐打到精馏釜中进行异构体分离。

#### 实施例 3

将粗氯代邻苯二甲酸 1000kg 和 700kg 氯苯在 3000L 预处理釜中搅拌加热，共沸物在 90℃开始蒸出，馏液在分水器中分层后将处于下层的氯苯放回釜中，上层酸水放出中和处理后排放，到馏出物的沸点达到 190℃后，蒸出的氯代邻二甲苯中不再含水时将釜中的氯代邻二甲苯蒸出，再将残留的含少量氯代邻二甲苯的氯代苯酐打到精馏釜中进行异构体分离。

#### 实施例 4

将粗氯代苯酚 1000kg 和 200kg 氯代邻二甲苯在 3000L 预处理釜中搅拌加热；共沸物在 98℃开始蒸出，馏液在分水器中分层后将处于下层的氯代邻二甲苯放回釜中，上层酸水放出中和处理后排放，到馏出物的沸点达到 131℃后，蒸出的氯苯中不再含水时将釜中的氯苯蒸出，再将残留的含少量氯苯的氯代苯酚打到精馏釜中进行异构体分离。