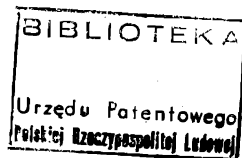


Opublikowano dnia 10 maja 1960 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

607c 17/38

Nr 43146

Kl. 12 o, 2/01

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposów wyodrębniania izomeru gamma z technicznego sześciochlorocykloheksanu

Patent trwa od dnia 6 sierpnia 1958 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania izomeru gamma z technicznego sześciochlorocykloheksanu.

Wynalazek ma na celu otrzymywanie izomeru gamma sześciochlorocykloheksanu o wysokiej czystości, przez oddzielanie go od towarzyszących mu w technicznym produkcie innych izomerów sześciochlorocykloheksanu oraz od ubocznych produktów chlorowania benzenu. Obecność tych substancji jest niepożądana, bowiem stanowią one niepotrzebny balast, obniżają aktywność biologiczną gamma sześciochlorocykloheksanu oraz warunkują niemiłą, charakterystyczną woń produktu.

Dotychczasowe sposoby wyodrębniania izomeru gamma sześciochlorocykloheksanu polegają na krystalizacji tego izomeru z różnych rozpuszczalników, wykorzystując różnice rozpuszczalności składników technicznego produktu i zmiany

rozpuszczalności ze zmianą temperatury. Znane są także sposoby polegające na wykorzystaniu różnicy postaci krystalicznych wypadających z nasyconych roztworów kryształów i związanej z tym różnicy szybkości sedymentacji tych kryształów. Niektóre znane metody wykorzystują różnice w szybkościach rozpuszczania i krystalizacji składników technicznego sześciochlorocykloheksanu.

Stosowane w produkcji sposoby pozwalają na otrzymywanie handlowego produktu o zawartości powyżej 90% gamma sześciochlorocykloheksanu przy wydajności procesu 50—85%.

Przy stosowaniu znanych metod wyodrębniania izomeru gamma sześciochlorocykloheksanu uzyskanie produktu o wysokiej czystości przy możliwie małych stratach izomeru gamma, pociąga za sobą konieczność stosowania dużej ilości operacji i ewentualnego użycia kilku rozpuszczalników, wysokie nakłady inwestycyjne na aparaturę oraz dużą pracochłonność.

Sposób według wynalazku polega przede wszystkim na usuwaniu z surowego produktu

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Jacek Gołębowski i mgr inż. Jan Orłowski.

izomeru delta *HCH* oraz łatwo rozpuszczalnych oleistych produktów przez ekstrakcję uwodnionym metanolem, a następnie na ekstrakcji izomeru gamma z pozostałości po pierwszej ekstrakcji i krystalizacji prowadzonej w takich warunkach, ażeby z roztworu krystalizacyjnego wypadał czysty izomer gamma *HCH*. Warunki tych procesów są ściśle określone, wstępną ekstrakcję prowadzi się w niskiej temperaturze około 15°C, mieszaniną metanolu i wody (3–25% wody) użytą w ilości zależnej od zawartości substancji łatwo rozpuszczalnych w ekstrahowanym surowcu np. 50–300% wagowych w stosunku do surowego produktu.

Otrzymaną po ekstrakcji stałą pozostałość traktuje się bezwodnym metanolem w temperaturze bliskiej temperatury wrzenia metanolu. Do roztworu metanolowego przechodzi izomer gamma *HCH* i w niewielkiej ilości izomer alfa. Po oddzieleniu nasyconego roztworu od części nierozpuszczonej, roztwór chłodzi się z umiarkowaną szybkością (1° na 5 minut do 3° na minutę) do temperatury nie niższej od 30°C. Wypadający z roztworu izomer gamma, zawierający niewielkie ilości zanieczyszczeń oddziela się od roztworu, który może być wielokrotnie zawracany do ekstrahowania następnych partii surowca. W tych warunkach wyczerpany ług pokryształacyjny ekstrahuje z surowca praktycznie jedynie izomer gamma sześciochlorocykloheksanu.

Sposób według wynalazku umożliwia szybkie i proste otrzymywanie izomeru gamma sześciochlorocykloheksanu o czystości wynoszącej ponad 90% przy wydajności 80–85%.

Przykład. 1,5 tony drobnopomielonego technicznego sześciochlorocykloheksanu, zawierającego około 33% izomeru gamma i 30% substancji łatwiej rozpuszczalnych od tego izomeru ekstrahuje się w mieszalniku I w temperaturze 15°C przez 2 godziny 90% alkoholem metylowym w ilości 1750 kg. Część nierozpuszczoną odsącza się, przemywając 100 kg cystego metanolu, odciek zaś kieruje do regeneracji metanolu.

Otrzymuje się 1000 kg substancji nierozpuszczonej, zawierającej około 42% izomeru gamma sześciochlorocykloheksanu i 500 kg oleistej substancji po odparowaniu metanolu, zawierającej około 75 kg izomeru gamma.

Surowiec po ekstrakcji traktuje się 450 kg bezwodnego metanolu w temperaturze 60°C w mieszalniku II, z którego odprowadza się roztwór porcjami po około 100 l. Roztwór ten oziębia się w czasie 0,5 godz. do temperatury 45°C. Po od-

dzieleniu wykrystalizowanego z roztworu wysokoprocenowego izomeru gamma sześciochlorocykloheksanu (około 10 kg produktu o zawartości ponad 90% gamma *HCH*) odciek zawraca się do mieszalnika II dla nasycenia go w temperaturze 60°C izomerem gamma sześciochlorocykloheksanu i powtarza się krystalizację. Proces krystalizacji i krążenia odcieku pokryształacyjnego powtarza się wielokrotnie aż do wyczerpania izomeru gamma sześciochlorocykloheksanu z surowca po ekstrakcji znajdującego się w mieszalniku II.

Następnie zawartość mieszalnika II filtruje się, oddzielając część nierozpuszczoną od roztworu, roztwór ochładza się do temperatury otoczenia. Wypadające kryształy, zawierające około 50% izomeru gamma w ilości 100 kg, wprowadza się do następnej szarży krystalizacji wraz z surowcem po ekstrakcji. Odciek po oddzieleniu kryształów, zawierający jeszcze około 20 kg izomeru gamma, albo zostaje użyty do procesu ekstrakcji, albo jest kierowany do regeneracji metanolu. Nierozpuszczoną pozostałość z mieszalnika w ilości około 400 kg przemywa się metanolem, który następnie kieruje się do procesu ekstrakcji substancji łatwo rozpuszczalnych z wyjściowego surowca.

Łącznie straty izomeru gamma sześciochlorocykloheksanu wynoszą 80–90 kg, co stanowi 16–18% w stosunku do ilości izomeru gamma wprowadzonego do procesu. Na straty te składają się: straty izomeru gamma zawartego w odcieku z procesu ekstrakcji, straty izomeru gamma w nierozpuszczonej pozostałości po wylugowaniu izomeru gamma oraz straty produkcyjne (mechaniczne) procesu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyodrębniania izomeru gamma z technicznego sześciochlorocykloheksanu przez ekstrakcję metanolem, znamienny tym, że surowiec poddaje się ekstrakcji uwodnionym metanolem o stężeniu 75–97% w celu oddzielenia łatwiej rozpuszczalnych od izomeru gamma substancji, z nierozpuszczonej zaś pozostałości wypłukuje się izomer gamma bezwodnym metanolem w temperaturze bliskiej wrzenia rozpuszczalnika, po czym z nasyconego roztworu wykrystalizowuje się wysokiej czystości gamma sześciochlorocykloheksan przez powolne ochłodzenie roztworu do temperatury nie niższej od 30°C.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się uwodniony metanol w ilości 50 do 300% wagowych wyjściowego surowca.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że surowiec po wyekstrahowaniu traktuje się metanolem w temperaturze powyżej 50°C, a następnie roztwór chłodzi się np. w czasie do 120 minut do temperatury powyżej 30°C.
4. Sposób według zastrz. 1–3, znamienny tym, że lugi pokryształizacyjne częściowo lub całkowicie zawraca się do dalszej ekstrakcji izomeru gamma.
5. Sposób według zastrz. 1–4, znamienny tym, że proces prowadzi się w sposób ciągły lub półciągły, uzupełniając wypłukiwany izomer gamma pozostałością po ekstrakcji.

Instytut Przemysłu
Organicznego

Zastępca: inż. Józef Felkner
rzecznik patentowy