



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

257236

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 11/00

(22) přihlášeno 03 07 86

(21) PV 5052-86.U

(40) zveřejněno 17 09 87

(45) vydáno 15 02 89

(75)

Autor vynálezu

LIŠKA FRANTIŠEK ing. CSc., FIKAR JIŘÍ ing. CSc., DĚDEK VÁCLAV prof. ing. CSc.,
ROUŠAR IVO doc. ing. DrSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy terciárního butylhypochloritu

Řešení se týká využití odpadu při diafragmové výrobě chloru a to způsobu přípravy terciárního butylhypochloritu chlorací terciárního butylalkoholu v alkalickém prostředí použití vodné roztoky směsi hydroxidu a chloridu sodného a/nebo hydroxidu a chloridu draselného odpadající při elektrolytické diafragmové výrobě chloru. Při reakci se hydroxid alkalického kovu přemění na odpovídající chlorid, jehož vodný roztok lze opět použít pro výrobu chloru.

Vynález se týká způsobu přípravy terciárního butylhypochloritu vzorce



Terciární butylhypochlorit vzorce I se používá v organické syntéze jako zdroj kyseliny chlorné jako chlorační činidlo za podmínek radikálových a elektrofilních chlorací a jako činidlo oxidační /Anbar M., Ginsburg D.: Org. Reactions 54, 925 /1954//.

Připravuje se zpravidla chlorací roztoku terciárního butylalkoholu ve vodném roztoku hydroxidu sodného /Org. Synth., Coll. Vol. IV, 125/ nebo elektrolýzou vodného roztoku chloridu sodného a terciárního butylalkoholu /Dotson R. L., Lnych R. W.: J. Electrochem. Soc. 128, 798 /1981//. Při prvním postupu se používá relativně drahý hydroxid sodný. Uvedený nedostatek odstraňuje způsob přípravy terciárního butylhypochloritu vzorce I chlorací terciárního butylalkoholu ve vodně alkalickém prostředí.

Jeho podstata spočívá v tom, že se jako alkalické prostředí použijí vodné roztoky směsí hydroxidů a chloridů alkalických kovů, výhodně hydroxidu a chloridu sodného a/nebo hydroxidu a chloridu draselného odpadajících při elektrolytické diafragmové výrobě chloru.

Reakce se uskuteční tak, že se do roztoku terciárního butylalkoholu ve vodném roztoku směsi hydroxidu a chloridu sodného a/nebo hydroxidu a chloridu draselného uvádí chlor za současného chlazení reakční směsí. Terciární butylhypochlorit vzorce I se vyloučí ve formě olejovité vrstvy, která se po oddělení promyje vodnými roztoky alkalických uhličitů nebo vodnými roztoky směsí alkalických hydroxidů a chloridů stejného složení jako směsí použité pro přípravu terciárního butylhypochloritu, vodou a suší se anorganickými sušidly, například alkalickými hydroxidy, chloridem vápenatým a podobně.

Účinek způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že se hydroxid alkalického kovu obsažený spolu s odpovídajícím chloridem v odpadním katolytu z diafragmové výroby chloru využije při přípravě terciárního butylhypochloritu a přemění se při této reakci na odpovídající chlorid.

Výhodou postupu podle vynálezu je možnost přímého použití katodových elektrolytů z diafragmové výroby chloru pro přípravu terciárního butylhypochloritu. Přeměnou hydroxidu alkalického kovu na odpovídající chlorid, k níž při reakci dochází, se získá vodný roztok chloridu sodného a/nebo draselného, který lze opět použít k elektrolytické výrobě chloru.

Způsob podle vynálezu je dále popsán na několika příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

Terciární butylalkohol /76,0 g; 1,025 mol/ byl rozpuštěn v roztoku o objemu 720, který obsahoval hydroxid sodný /93,6 g; 2,34 mol/, chlorid sodný /122 g/ a vodu. Do vzniklého roztoku byl za míchání uváděn chlor /72 g/ po dobu dvou hodin. Teplota reakční směsi byla udržována v rozmezí 12 až 15 °C vnějším chlazením ledovou vodou. Vyloučená olejovitá vrstva byla oddělena, promyta vodným roztokem uhličitů sodného a vodou a vysušena chloridem vápenatým. Bylo získáno 96,0 g /86,2 %/ terciárního butylhypochloritu vzorce I.

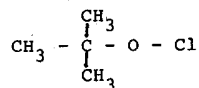
P ř í k l a d 2

Terciární butylalkohol /148,24 g; 2,0 mol/ byl rozpuštěn v roztoku o objemu 1 200 ml, který obsahoval hydroxid draselný /134,6 g; 2,40 mol/, chlorid draselný /152,0 g; 1,20 mol/ a vodu. Dp vzniklého roztoku byl za míchání uváděn chlor /150,0 g; 2,1 mol/ po dobu 3,5 hodiny. Teplota reakční směsi byla udržována v rozmezí 3 až 11 °C vnějším chlazením ledovou vodou.

Vyloučená olejovitá vrstva byla oddělena, promyta vodným roztokem směsi hydroxidu a chloridu draselného stejného složení, jako bylo použito pro přípravu terciárního butylhypochloritu, poté vodou. Po vysušení chloridem vápenatým bylo získáno 167,2 g /77 %/ terciárního butylhypochloritu.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy terciárního butylhypochloritu vzorce



chlorací terciárního butylalkoholu ve vodně-alkalickém prostředí vyznačený tím, že se jako alkalické prostředí použijí vodné roztoky směsi hydroxidů a chloridů alkalických kovů, které odpadají při diafragmovém elektrolytickém postupu výroby chloru, výhodně směsi hydroxidu a chloridu sodného a/nebo směsi hydroxidu a chloridu draselného.