



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 15.01.79 (P. 212833)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.07.80

Opis patentowy opublikowano: 15.10.1983

Int. Cl.³ C07C 39/36

Twórcy wynalazku: Zbigniew Nagay, Józef Bukała, Antoni Zieliński

Uprawniony z patentu: Politechnika Szczecińska, Szczecin (Polska)

Sposób wytwarzania pięciochlorofenolu

1

• Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pięciochlorofenolu w postaci łatwo sączącego się osadu przez wytrącanie kwasem mineralnym z wodnych alkalicznych roztworów pięciochlorofenolanu sodowego.

Znany jest ze stanu techniki sposób wytwarzania pięciochlorofenolu przez wytrącanie kwasem solnym z wodnych roztworów pięciochlorofenolanu sodowego. Sposób ten polega na dodaniu odpowiedniej ilości kwasu solnego do roztworu wodnego zawierającego pięciochlorofenolan sodowy, w wyniku czego wytrąca się zawieszisty osad pięciochlorofenolu, który zostaje oddzielony od roztworu przez filtrację mieszaniny.

Inny znany sposób, między innymi z opisu patentowego CSSR Nr 130306, wytwarzania pięciochlorofenolu, polega na dodaniu do wodnego roztworu pięciochlorofenolanu sodowego dużej ilości rozpuszczalnika organicznego, którego zadaniem jest rozpuszczenie pięciochlorofenolu wytrąconego z roztworu kwasem solnym. Jako rozpuszczalników organicznych używa się benzenu i jego alkilowych pochodnych, jak na przykład toluenu i ksyleny. Po oddzieleniu warstwy organicznej od wody, oddestylowuje się rozpuszczalnik, otrzymując suchy pięciochlorofenol.

Niedogodnością stosowania znanych sposobów wytwarzania pięciochlorofenolu jest uzyskanie po reakcji z kwasem solnym mieszanin, z których trudno jest wydzielić z wysoką wydajnością pięcio-

2

chlorofenol. Mieszanina poreakcyjna występuje w postaci zawieszistej mieszaniny dwufazowej bardzo trudnej do rozdzielania. W tym celu między innymi stosuje się ekstrakcję pięciochlorofenolu rozpuszczalnikami organicznymi dla jego wyodrębnienia z mieszaniny reakcyjnej. Pociąga to jednak za sobą znaczne koszty i straty rozpuszczalnika.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania pięciochlorofenolu nie wykazującego wymienionych niedogodności.

Sposób wytwarzania pięciochlorofenolu w postaci łatwo sączącego się osadu w reakcji pięciochlorofenolanu sodowego w wodnym roztworze alkalicznym z kwasem mineralnym, korzystnie kwasem solnym, według wynalazku polega na tym, że do alkalicznego wodnego roztworu pięciochlorofenolanu sodowego przed dodaniem kwasu mineralnego dodaje się benzen i/lub jego alkilowych pochodnych, korzystnie ksyleny lub toluenu, w ilości 0,01—0,1 mola na mol pięciochlorofenolanu sodowego, po czym z tak uzyskanego roztworu wytrąca się pięciochlorofenol kwasem mineralnym, korzystnie solnym, utrzymując podczas reakcji pH = 2—4.

W wyniku tak prowadzonej reakcji pięciochlorofenolanu sodowego z kwasem mineralnym powstaje zawiesina pięciochlorofenolu w postaci stosunkowo dużych, łatwych do odsączenia aglomeratów. Zawiesina ta w sposób ciągły odprowadzana jest z reaktora i kierowana na wirówkę, gdzie następuje oddzielenie osadu od fazy cieklej.

Zaletą sposobu wytwarzania pięciochlorofenolu zgodnie z wynalazkiem jest uzyskanie pięciochlorofenolu w postaci łatwo filtrującego się osadu, co umożliwia jego dobre przemycie, dzięki czemu otrzymany produkt końcowy wykazuje wysoki stopień czystości. W porównaniu ze znanymi sposobami wytwarzania pięciochlorofenolu niższa jest też wilgotność produktu końcowego.

Sposób według wynalazku bliżej objaśniają przykłady jego wykonania.

Przykład I. Do pionowego reaktora rurowego posiadającego w dolnej części dwa króćce doprowadzające alkaliczny roztwór pięciochlorofenolanu sodowego o wartości $\text{pH} = 12,7$ i kwas solny, a w górnej części króciec przelewowy i wyposażonego w szybkoobrotowe mieszadło, podawano w ciągu 1 godziny wodny roztwór pięciochlorofenolanu sodowego o stężeniu 15,4% wagowych zawierający 0,073 mol ksylenu na mol pięciochlorofenolanu sodowego z szybkością 11,2 g/min. Jednocześnie do reaktora doprowadzono kwas solny o stężeniu 12% wagowych, a przeciętną szybkością 2,0 g/min utrzymując $\text{pH} = 2$.

Przez króciec przelewowy odebrano w ciągu 1 godziny 792 g zawiesiny pięciochlorofenolu w roztworze, z której po odwirowaniu i przemyciu wodą uzyskano 185 g wilgotnego produktu. Po wysuszeniu uzyskano 92 g produktu o zawartości 98,9% wagowych pięciochlorofenolu. Wydajność ogólna procesu 95,6%.

Przykład II. Do pionowego reaktora rurowego jak w przykładzie I podawano w ciągu 1 godziny wodny alkaliczny roztwór pięciochlorofenolanu sodowego o stężeniu 8% wagowych i $\text{pH} = 12,0$, zawierający 0,015 mol toluenu na mol pięciochlorofenolanu sodowego, z szybkością 13 g/min. Jednocześnie do reaktora doprowadzono kwas solny o stężeniu 12% wagowych z przeciętną szybkością 1,2 g/min utrzymując pH równe około 2.

Przez króciec przelewowy odebrano w ciągu 1 godziny 852 g Zawiesiny pięciochlorofenolu w roztworze, z której po odwirowaniu i przemyciu

wodą uzyskano 120 g wilgotnego produktu. Po wysuszeniu uzyskano 56,8 g produktu o zawartości 98,5% wagowych pięciochlorofenolu. Wydajność ogólna procesu 97%.

W tabeli 1 zestawiono niektóre wielkości charakteryzujące sposób wytwarzania pięciochlorofenolu zgodnie z wynalazkiem oraz według sposobu znanego.

Tabela 1

	Sposób według wynalazku	Sposób znany
10 15 20	Czas filtracji 125 g zawiesiny pięciochlorofenolu przez sączek ze spieku G 1 minut	0,5—1,0 10,0
20	Wilgotność osadu po przesączeniu i przemyciu % wagowy	50 70
25	Zawartość pięciochlorofenolu w produkcie końcowym % wagowy	98,5—99,0 96,0—97,0

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania pięciochlorofenolu przez reakcję pięciochlorofenolanu sodowego w wodnym roztworze alkalicznym z kwasem mineralnym, korzystnie z kwasem solnym, w obecności benzenu i/lub jego pochodnych alkilowych, **znamienny tym**, że proces wytrącania pięciochlorofenolu prowadzi się w obecności 0,01—0,1 mola benzenu i/lub jego pochodnych alkilowych na mol pięciochlorofenolanu sodowego dodanych przed wytrącaniem, utrzymując podczas reakcji z kwasem pH w granicach od 2 do 4.