



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47895

Kl. 12 o, 2/01
Kl. internat. C 07 c

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania 1,2,4,5-czterochlorobenzenu

Patent trwa od dnia 19 czerwca 1962 r.

Czterochlorobenzeny otrzymuje się przez chlorowanie benenu oraz jego jedno, dwu i trójkloropochodnych w obecności katalizatorów. Spośród czterochlorobenzenów największe praktyczne zastosowanie jako produkt wyjściowy do syntez środków ochrony roślin znajduje obecnie izomer 1, 2, 4, 5, będący głównym produktem procesów chlorowania.

Produkcja 1, 2, 4, 5-czterochlorobenzenu na drodze chlorowania jest technologicznie uciążliwa i kosztowna.

Sposób według wynalazku umożliwia bezpośrednie otrzymywanie 1, 2, 4, 5-czterochlorobenzenu z 1, 2, 3, 4, 5, 6-sześcioclorocykloheksanów (HCH), najkorzystniej z nieaktywnych izomerów, stanowiących bezużyteczny odpad z produkcji γ -izomeru. Polega on na ogrzewaniu w reaktorze w temperaturze 250–500°C

HCH z aktywowanym węglem uprzednio wygrzanym w atmosferze chlorowodoru w temperaturze 250–450°C.

W wyniku reakcji otrzymuje się mieszaninę trój- i czterochlorobenzenów. Im wyższa temperatura reakcji i im dłużej wygrzany był węgiel, tym większa jest wydajność czterochlorobenzenów. Zwiększenie uzysku czterochlorobenzenów osiąga się również przez doprowadzenie do reaktora małej ilości chloru jako inicjatora reakcji. Po skończonej reakcji oddestylowuje się część trójklorobenzenów i oziębia pozostałość. Wykryształowuje się wtedy czysty 1, 2, 4, 5-czterochlorobenzen, który wydziela się przez odfiltrowanie.

Sposób według wynalazku zrealizowany być może w procesie periodycznym lub ciągłym. W procesie ciągłym korzystnie jest wprowadzać do reaktora wypełnionego węglem izomery HCH w stanie stopionym.

Przykład. Do wypełnionego węglem reaktora rurowego wprowadzano w sposób ciągły stopiony sześcioclorocykloheksan o składzie:

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są dr Zygmunt Eckstein, mgr inż. Marian Kwiatkowski, mgr inż. Zdzisława Mazankowa, mgr inż. Jan Orłowski.

85% izomeru α -HCH. 11% izomeru β -HCH, 4% izomeru γ -HCH. Szybkość doprowadzania HCH odpowiadała obciążeniu 1,5 kg HCH na 1 kg węgla/godz. Temperatura procesu wynosiła 350°C. Jednocześnie do reaktora wprowadzano chlor w ilości 25 g/kg HCH. Otrzymano produkt zawierający trój i czterochlorobenzeny w stosunku wagowym 5 : 1. Wydajność tej przemiany wynosi 90%.

Izomer 1, 2, 4, 5, który stanowi 70% wszystkich czterochlorobenzenów, oddzielono w sposób bliski ilościowemu przez odfiltrowanie po częściowym oddestylowaniu trójchlorobenzenów i oziębieniu pozostałości.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania 1, 2, 4, 5-czerochlorobenzenu, znamienny tym, że 1, 2, 3, 4, 5 6-sześciochlorocykloheksany ogrzewa się do temperatury 250—500°C wobec węgla aktywowanych, wygrzanych uprzednio w atmosferze chlorowodoru w temperaturze 250—

450°C jako katalizatorów oraz, małej ilości chloru i z mieszaniny poreakcyjnej po jej oziębieniu lub po częściowym odparowaniu bardziej lotnych składników tej mieszaniny i oziębieniu, wydziela się krystaliczny 1, 2, 4, 5-czterochlorobenzen.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że proces prowadzi się z dodatkiem chloru w ilości 25 części wagowych na 100 części wagowych sześciochlorocykloheksanów.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że proces prowadzi się w sposób ciągły wprowadzając izomery HCH w stanie stopionym do reaktora wypełnionego katalizatorem.

Instytut Przemysłu
Organicznego

Zastępca: mgr inż. Aleksander Zetel
rzecznik patentowy