



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

51006

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 11.VI.1963 (P 101 863)

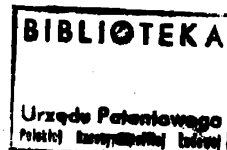
Pierwszeństwo:

Opublikowano: 28. IV. 1966

Kl. 12 o, 19/02

MKP C 07 f

UKD



Współtwórcy wynalazku: Janina Herczyk, Lucjan Kwieciński, Jolanta Pruszyńska

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wydzielania 1, 2, 3, 4, 10, 10-sześciochloro-6,7-epoksy-1, 4, 4a, 5, 6, 7, 8, 8a-ośmiohydro-1, 4-endo, egzo-5, 8-dwumetanonaftalenu z poreakcyjnego roztworu benzenowego w postaci granulatów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania 1, 2, 3, 4, 10, 10-sześciochloro-6, 7-epoksy-1, 4, 4a, 5, 6, 7, 8, 8a-ośmiohydro-1, 4-endo, egzo-5, 8-dwumetanonaftalenu, znanego powszechnie insektycydu z grupy cyklodienów, z poreakcyjnego roztworu benzenowego w formie zgranulowanej.

1,2,3,4,10, 10-sześciochloro-6, 7-epoksy-1,4,4a,5,6,7,8, 8a-ośmiohydro-1,4-endo, egzo-5,8 dwumetanonaftalen jest w normalnych warunkach ciałem stałym, praktycznie nierozpuszczalnym w wodzie, o temperaturze topnienia czystego produktu 175°C i technicznego 125—135°C.

W stadium końcowym produkcji wydziela się go z obojętnego rozpuszczalnika organicznego, a mianowicie z benzenu.

Znane dotychczas metody polegają na oddestylowywaniu benzenu pod normalnym lub zredukowanym ciśnieniem i rozdrabnianiu zestalającej się w normalnych warunkach masy w różnego typu urządzeniach kruszących i łuskujących.

Operacje te są długotrwałe, bardzo uciążliwe, jak również niebezpieczne z uwagi na wysoką toksyczność 1,2,3,4, 10,10-sześciochloro-6,7-epoksy-1,4,4a, 5,6,7,8,8a-ośmiohydro-1,4-endo, egzo-5, 8-dwumetanonaftalenu i własności palne benzenu. Metody te wymagają stosowania dodatkowych, tylko dla tego celu przystosowanych urządzeń i daleko idących zabezpieczeń BHP.

Sposób według wynalazku polega na wydzielaniu 1,2,3,4, 10,10-sześciochloro-6,7-epoksy-1,4,4a, 5, 6, 7,

2

8, 8a-ośmiohydro-1,4-endo, egzo-5,8-dwumetanonaftalenu z poreakcyjnego roztworu benzenowego w postaci zgranulowanej przez odpędzenie benzenu z parą wodną, przy czym na każde 1000 części wagowych rozpuszczalnika wprowadza się 30 do 150 części wagowych pary wodnej na minutę. Przy doprowadzeniu pary w ilościach poniżej 70 części wagowych na minutę korzystne jest zastosowanie dodatkowego mieszania mechanicznego, przy ilościach powyżej 70 części wagowych na minutę dodatkowe mieszanie jest zbędne.

Operację tę można przeprowadzić w tym samym reaktorze, w którym uprzednio prowadzono syntezę.

Sposób według wynalazku eliminuje więc konieczność stosowania kosztownych urządzeń rozdrabniających i pozwala na otrzymywanie w jednym reaktorze produktu zgranulowanego porowatego, bardzo wygodnego do dalszego przerobu na wszelkie formy użytkowe.

Przykład. Do 200 g warstwy benzenowej stanowiącej roztwór 1,2,3,4,10,10-sześciochloro-6,7-epoksy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-ośmiohydro-1,4-endo, egzo-5,8-dwumetanonaftalenu i zawierającej około 55% benzenu, dodaje się 100 ml wody, oddzielonej od benzenu z poprzedniej destylacji i doprowadza parę wodną w ilości 8 g na minutę. Destylacja rozpoczyna się w temperaturze 66°C, a kończy przy 100°C. Czas operacji trwa 20 minut.

W odbieralniku otrzymuje się 107 g benzenu regenerowanego i 100 g warstwy wodnej. Po rozdziele-

niu oddestylowany benzen zwraca się do syntezy, a warstwę wodną skierowuje do następnej operacji odpędzania benzenu.

W kolbie destylacyjnej pozostaje zawieszony w wodzie 1,2,3,4,10,10-sześciochloro-6,7-epoksy-1,4,4a, 5,6,7,8,8a-ośmiohydro-1,4-endo, egzo-5,8-dwumetano-
naftalen w postaci porowatych granulek o zabarwie-
niu jasno-kremowym, które po oddzieleniu od wody
i wysuszeniu posiadają ciężar 87 g i temperaturę
topnienia 125—135°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielania 1,2,3,4,10,10-sześciochloro-6,7-
epoksy- 1,4,4a,5,6,7,8,8a-ośmiohydro-1, 4-endo, egzo-
5,8-dwumetanonaftalenu z poreakcyjnego roztworu
benzenowego w postaci granulatu, **znamienny tym**,
że benzen oddestylowuje się z parą wodną wprowa-
dzoną z szybkością 30—150 części wagowych pary
na każde 1000 części wagowych rozpuszczalnika na
minutę.