



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

230841

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 D 235/02

(22) Přihlášeno 23 08 82
(21) (PV 6147-82)

(40) Zveřejněno 13 01 84

(45) Vydáno 15 06 86

(75)
Autor vynálezu

ŽÁK BOHUMIL ing., NERATOVICE

(54) Způsob čištění 5-fenyl-2-(p-difenyl)-1,3,5-oxadiazolu

Předmětem vynálezu je způsob čištění 5-fenyl-2-(p-difenyl)-1,3,5-oxadiazolu (dále jen PBD) používaného jako scintilátor. Při tomto způsobu se surový produkt podrobí krystalizaci ze směsi chlorovaného rozpouštědla (jako je dichlormetan, chloroform nebo 1,2-dichloreten) a nechlorovaného rozpouštědla (například metanol, etanol, benzen nebo toluen) při teplotě 293 až 353 K. Přitom se použije 3 až 10 hmotnostních dílů chlorovaného rozpouštědla a 3 až 100 hmotnostních dílů nechlorovaného rozpouštědla na 1 hmotnostní díl PBD.

Vynález se týká způsobu čištění 5-fenyl-2-(p-difenyl)-1,3,4-oxadiazolu (dále jen PED) používaného jako scintilátoru.

Pro dosažení vysoké scintilační účinnosti je třeba vyrobený surový PED čistit. Až dosud se toto čištění provádělo několikanásobnou rekrystalizací ze značných objemů rozpouštědla (například etanolu, benzenu a podobně), což vedlo jednak ke značným ztrátám na vlastní látce v matečných louhách, ale i ke značné spotřebě rozpouštědla. V zájmu úspory rozpouštědla i zachování přijatelné výtěžnosti bylo pak nutno tyto matečné louhy neustále odpařovat a zpracovávat, což bylo zdlouhavé a velice precné.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob čištění PED podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že surový produkt se podrobí částečné krystalizaci ze směsi chlorovaného a nechlorovaného rozpouštědla, z nichž v prvním je PED relativně dobře rozpustný (jako je dichlormetan, chloroform, 2-dichloreten) a ve druhém podstatně méně (například metanol, etanol, benzen, toluen). Přitom na jeden hmotnostní díl surového PED se použije 3 až 10 hmotnostních dílů chlorovaného rozpouštědla 293 až 353 K teplého a 3 až 100 hmotnostních dílů nechlorovaného rozpouštědla 293 až 373 K teplého.

Takto se získává nejméně polovina množství nedávkovaného k čištění, avšak již ve vyhovující scintilační kvalitě. Zbytky získané z matečných louhů po odpaření rozpouštědel nelze ve většině případů již úspěšně čistit opakovanou krystalizací, lze je však vyčistit známým způsobem.

Způsobem podle vynálezu se proces čištění PED výrazně zjednoduší a zkrátí. Zároveň se podstatnou měrou uspoří rozpouštědla a zvýší výtěžnost.

P ř í k l a d

500 g surového PED se v 10litrové baňce rozpustí za občasného protřepání ve 2 litrech dichlorethanu při asi 308 K (alternativně ve 2 litrech chloroformu při 323 K nebo ve 2 litrech, 1,2-dichlorethanu při 343 K), roztok se přefiltruje s 10 g korborefinu přes papírový filtr, k filtrátu se přileje 6 litrů etanolu (alternativně metanolu, benzenu nebo toluenu) a směs se nechá stát 24 hodin při 273 až 278 K. Vzniklé krystaly se odsají, promyjí 500 ml směsí dichlormethan : etanol smíchané v poměru 1 : 10 a vysuší. Získá se asi 250 g téměř bílého PED s vyhovující scintilační účinností.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob čištění 5-fenyl-2-(p-difenyl)-1,3,5-oxadiazolu vyznačený tím, že vyrobený surový 5-fenyl-2-(p-difenyl)-1,3,5-oxadiazol se podrobí krystalizaci ze směsi chlorovaného rozpouštědla, s výhodou dichlormetanu, chloroformu nebo 1,2-dichlorethanu 293 až 353 K teplého, a nechlorovaného rozpouštědla, s výhodou metanolu, etanolu nebo toluenu 293 až 373 K teplého, v poměru 3 až 100 hmotnostních dílů nechlorovaného rozpouštědla a 3 až 10 hmotnostních dílů chlorovaného rozpouštědla na 1 hmotnostní díl surového 5-fenyl-2-(p-difenyl)-1,3,5-oxadiazolu.