



## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

# OPIS PATENTOWY

Nr 39437

Kl. 12 o, 2/01

Instytut Syntezy Chemicznej\*)

Gliwice, Polska

### Sposób oddzielania sześciochlorobenzenu od innych pochodnych chlorowych benzenu

Patent trwa od dnia 28 czerwca 1955 r.

Podczas wyczerpującego chlorowania benzenu, lub jego pochodnych chlorowych, uzyskuje się normalnie sześciochlorobenzen zanieczyszczony pewną ilością niższych pochodnych chlorowych benzenu.

Według danych z literatury oczyszczanie sześciochlorobenzenu przeprowadza się przez destylację lub rekrystalizację z różnych rozpuszczalników organicznych jak chloroform, eter nadtowy itd. (patent Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2028383. J. Am. Soc. 62,513, (1940).

Sposób według wynalazku polega na przemycaniu krystalicznego sześciochlorobenzenu zanieczyszczonego niższymi pochodnymi chlorowymi benzenu, benzenem, chlorobenzenem lub o-dwuchlorobenzenem.

Stwierdzono, że dzięki różnicy rozpuszczalności w temperaturze pokojowej sześć-, trój-, cztero- i pięciochlorobenzenu w wymienionych rozpuszczalnikach można w ten sposób uzyskać czysty sześciochlorobenzen.

Sposób według wynalazku można stosować w przypadku, gdy zanieczyszczenia sześciochlorobenzenu są niewielkie.

P r z y k ł a d. Sześciochlorobenzen, zawierający inne pochodne chlorowe benzenu wprowadza się do mieszalnika, miesza dokładnie w temperaturze pokojowej przez 2—4 minut z benzenem, przenosi następnie na saczek próżniowy i odsącza otrzymany osad, sześciochlorobenzenu, przemycia się dodatkowo czystym rozpuszczalnikiem, którego ilość zależy od stopnia zanieczyszczenia sześciochlorobenzenu innymi pochodnymi chlorowymi benzenu. W przypadku większej ilości zanieczyszczeń, stosuje się do przemycania odpowiednio więcej rozpuszczalnika, przy czym

\*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Jerzy Jaworski.

dostateczne wymycie sześciochlorobenzenu można stwierdzić, badając jego temperaturę topnienia.

Czysty sześciochlorobenzen, po oddzieleniu od rozpuszczalnika na sączku próżniowym, suszy się na tacach w temperaturze 40—100° C. Rozpuszczalnik regeneruje się przez destylację, przy czym najkorzystniej jest po oddestylowaniu jego głównej części, resztę zawierającą rozpuszczone pochodne chlorowe benzenu, stosować jako surowiec przy otrzymywaniu nowej porcji sześciochlorobenzenu.

W celu uzyskania sześciochlorobenzenu o temperaturze topnienia ponad 220° C, wychodząc z produktu surowego o temperaturze topnienia około 190° C, trzeba użyć np. 1,5—2 litrów o-dwuchlorobenzenu na 1 kg produktu surowego.

Sposób według wynalazku posiada wiele zalet.

Jest prostszy i szybszy od sposobu rozdzielania przez destylację lub krystalizację, pozwala na otrzymanie sześciochlorobenzenu o wysokiej czystości (o temperaturze topnienia ponad 220° C),

przy czym straty sześciochlorobenzenu wynoszą tylko 3—6%.

Rozpuszczalnik stosowany w sposobie według wynalazku daje się łatwo regenerować. Można go także użyć razem z rozpuszczonymi w nim związkami, jako surowiec do wyczerpującego chlorowania na sześciochlorobenzen.

#### Zastrzeżenia patentowe

- 1 Sposób oddzielania sześciochlorobenzenu od innych pochodnych chlorowych benzenu, znamienny tym, że zanieczyszczony krystaliczny sześciochlorobenzen przemywa się benzenem, chlorobenzenem lub o-dwuchlorobenzenem.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że rozpuszczalnik zawierający rozpuszczone w sobie pochodne chlorowe benzenu stosuje się jako surowiec do otrzymywania nowych porcji sześciochlorobenzenu.

I n s t y t u t S y n t e z y C h e m i c z n e j