

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212 812



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28 03 80
(21) PV 2175 - 80

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 21/02

(40) Zveřejněno 31 08 81
(45) Vydáno 01 12 83

(75)

Autor vynálezu VACEK JAN ing., BRNO

(54) Způsob výroby metylenjodidu

1

Vynález se týká způsobu výroby metylenjodidu reakcí kovového hliníku s jodem a následnou konverzí vznikajícího jodidu hliníkového s metylenchloridem.

Způsoby přípravy metylenjodidu redukcí jodoformu mají dnes již význam pouze historický. Dnes všeobecně používané způsoby jsou založeny na reakci metylenchloridu s jodidem hlinitým a liší se vzájemně pouze způsobem přípravy jodidu hlinitého a reakčním prostředím při konverzi s metylenchloridem. Vavřín a kol. (pat. č. 144 027) používá jako reakční prostředí samotný metylenjodid. Vzhledem k značné reaktivitě metylenjodidu s kovovým hliníkem již za obvyčejné teploty je použití metylenjodidu jako reakčního prostředí nevhodné. Autorské osvědčení (205 568) popisuje přípravu jodidu hlinitého v rozpouštědle aromatického charakteru a jeho konverzi s metylenchloridem v alivatickém nebo alivatickém rozpustidle. Záměna typu rozpustidel v jednotlivých reakčních stupních je však technologicky náročná. Autorské osvědčení (205 568), které navazuje na předchozí PV, používá jako reakční prostředí v obou reakčních stupních cykloparafinické uhlovodíky. Získání čistého cykloparafinického uhlovodíku naráží někdy na výrobně-obchodní potíže a byla proto snaha nalézt vhodné reakční podmínky tak, aby bylo možno použít běžné komerčně dostupné rozpustidlo.

Způsob přípravy metylenjodidu podle vynálezu odstraňuje nevýhodu PV 4621-79 spojenou s dostupností cyklohexanu a vyznačuje se tím, že příprava jodidu hlinitého i následující konverze s metylenchloridem se provádějí v prostředí parafinických uhlovodíků o počtu uhlí-

ků 5 až 10, nebo jejich směsí, nebo směsí parafinových a cykloparafinových uhlovodíků o počtu atomů uhlíku 5 až 10. Použití těchto uhlovodíků je umožněno tím, že lze obě fáze reakce, tj. jak tvorbu jodidu hlinitého, tak i následující konverzi s metylenchloridem provádět souběžně. Tím se zabrání ulpívání jodidu hlinitého na povrchu kovového hliníku v důsledku jeho malé rozpustnosti v použitém rozpustidle. Reakce vedená tímto způsobem probíhá velmi živě a je dobře regulovatelná rychlostí nátoky metylenchloridu.

Příklad

Jako reakční prostředí se použije lékařský benzin, zbavený aromatických a nenasycených uhlovodíků a nižších parafinických frakcí. Za tím účelem se surový lékařský benzin refluxuje po dobu 2 hodin s bezvodým chloridem hlinitým a metylenchloridem v poměru cca 20 hmot. dílů benzínu k 1 hmot. dílu chloridu hlinitého a metylenchloridu. Poté se kapalný komplex odpustí a obsah se předestiluje. Frakce do b.v. 55° se oddělí a do reakce se použije frakce o b.v. 55 až 90 °C.

Do čtyřhrdlé reakční baňky o objemu 500 ml. opatřené míchadlem, zpětným chladičem, teploměrem a kapačkou, se předloží za míchání 250 ml benzinové frakce, 100 g jodu a 5 g chloridu hlinitého. Obsah se za normální teploty 15 min máchá a poté se přidá 7,2 g hliníkové krupice. Teplota samovolně vystoupí na 30 až 40 °C. Jakmile teplota přestane samovolně stoupat, začne se zvolna přikapávat metylenchlorid (34 g). Reakce se živě rozběhne a chlazením se teplota reakce udržuje na 45 až 50 °C. Doba dávkování metylenchloridu je 1,5 až 2 hodiny. Ke konci nutno reakci mírně přehřívát. Po přidání veškerého metylenchloridu se obsah reakční baňky ještě 1 hod, míchá při 50 °C. Poté se obsah ochladí a dekantuje. Mazlavý chlorid hlinitý se rozmíchá se 100 ml benzinové frakce a dekantuje se. Benzinový roztok se promyje roztokem pyrosiřičitanu sodného a poté vodou a zahustí se z olejové lázně až do teploty lázně 150 °C. Destilační zbytek se po ochlazení oddělí od lehké benzinové fáze. Získá se kolem 89 g surového metylenjodidu, který po vytřepání s konc. kyselínou sírovou, roztokem pyrosiřičitanu a vodou poskytne kolem 80 g čistého metylenjodidu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby metylenjodidu reakcí kovového hliníku s jodem a následnou konverzí vznikajícího jodidu hlinitého s metylenchloridem, vyznačený tím, že se příprava jodidu hlinitého i následující konverze s metylenchloridem provádějí v prostředí parafinických uhlovodíků o počtu uhlíků 5 až 10 nebo jejich směsí nebo směsí parafinických a cykloparafinických uhlovodíků o počtu atomů uhlíku 5 až 10.