



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 29.XII.1964 (P 106 793)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 18.III.1967

Kl. 12 o, 23/03

MKP C 07 c 143/70

UKD

Współtwórcy wynalazku: inż. Stanisław Sękalski, mgr Jacek Szymaszkiewicz, mgr Stanisław Hedwik, mgr inż. Jan Woźniak, mgr Anna Krasuska

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Azot”, Jaworzno Polska)

Sposób wyodrębniania izomeru 2, 4, 5-tróchlorobenzenosulfochlorku

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania izomeru 2, 4, 5-tróchlorobenzenosulfochlorku z technicznego tróchlorobenzenosulfochlorku. Techniczny tróchlorobenzenosulfochlerek w postaci stałej lub ciekłej otrzymywany przez chlorosulfonowanie tróchlorobenzenu prócz wymienionego izomeru zawiera niepożądane przy dalszych zabiegach i obróbce chemicznej izomery 2, 3, 4- i 2, 4, 6-tróchlorobenzenosulfochlorku.

Znany sposób wyodrębniania polega na mechanicznym oddzielaniu mieszaniny izomerów przy wykorzystaniu różnicy ich temperatur topnienia oraz na krystalizacji z takich rozpuszczalników jak chlorobenzen, eter naftowy, benzyna, benzen, itp. Izomery 2, 3, 4- i 2, 4, 6-tróchlorobenzenosulfochlorku topnieją w niższej temperaturze niż izomeryczny 2, 4, 5- tróchlorobenzenosulfochlerek.

W wyniku opisanych operacji uzyskuje się niewystarczający stopień oczyszczenia, a dalsze przetwarzanie zanieczyszczonego 2, 4, 5- tróchlorobenzenosulfochlorku przez kondensację metodą Friedel-Craftsa z chlorobenzenem w celu otrzymania 2, 4, 5, 4,- czterochlorodwufenylosulfonu prowadzi do otrzymywania małych wydajności tego produktu.

Wielokrotna krystalizacja mieszaniny izomerów tróchlorobenzenosulfochlorków polepsza wprawdzie stopień oczyszczenia, jednak w warunkach przemysłowych jest uciążliwa z uwagi na konieczność operowania dużymi ilościami rozpuszczalników.

Stwierdzono, że unika się powyższych niedogod-

2

ności znanego procesu wyodrębniania izomeru 2, 4, 5- tróchlorobenzenosulfochlorku, jeżeli techniczny tróchlorobenzenosulfochlerek traktuje się metanolem w temperaturze nie wyższej niż 35°C. Korzystnie jest jeżeli techniczny tróchlorobenzenosulfochlerek zawiera śladowe ilości wody oraz wyraźnie wykształcone kryształy izomeru 2, 4, 5- tróchlorobenzenosulfochlorku.

Nieoczekiwanym było faktem, że w tych warunkach prawie nie zachodzi estryfikacja metanolem sulfochlorków, natomiast niepożądane izomery wykazują wyższą rozpuszczalność w metanolu.

Sposób według wynalazku przedstawiony jest w poniższych przykładach, które nie ograniczają jego zakresu.

Przykład I. 100 części wagowych technicznego tróchlorobenzenosulfochlorku w postaci zestalonego w temperaturze pokojowej stopu rozdrabnia się na luźne kryształy o średniej wielkości 5 mm, następnie przenosi się do emaliowanego lub ceramicznego mieszalnika, traktuje 64 częściami technicznego metanolu w temperaturze pokojowej, miesza 1—2 godzin, następnie mieszaninę poddaje się wirowaniu, po czym oddzielone kryształy suszy się w temperaturze nie wyższej niż 35°C. Po wysuszeniu otrzymuje się 2, 4, 5- tróchlorobenzenosulfochlerek o wysokiej czystości w ilości około 77 części wagowych. Otrzymany w powyższy sposób 2, 4, 5- tróchlorobenzenosulfochlerek może być użyty bez-

pośrednio do syntezy 2, 4, 5, 4- czterochloro-dwufenylo-sulfonu gwarantując jego wysoką jakość oraz wydajność.

Przykład II. Postępuje się podobnie jak w przykładzie I, z tą różnicą, że operację mycia prowadzi się w dwóch etapach po 32 części wagowe metanolu, odwirowując po pierwszym traktowaniu metanolu zawieszinę kryształów.

Przykład III. Postępuje się podobnie jak w przykładzie I i II z tym, że kryształy na wirówce przemywa się 10 częściami wagowymi świeżego technicznego metanolu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyodrębniania izomeru 2, 4, 5- trójchlorobenzenosulfochlorku z technicznego trójchlorobenzenosulfochlorku, **znamienny tym**, że techniczny trójchlorobenzenosulfochlorek traktuje się metanolem w temperaturze nie wyższej niż 35°C, po czym oddziela się kryształy i suszy.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się techniczny trójchlorobenzenosulfochlorek zawierający śladowe ilości wody oraz wyraźnie wykształcone kryształy izomeru 2, 4, 5- trójchlorobenzenosulfochlorku.