



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 059

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 06 80
(21) PV 3847 - 80

(51) Int. Cl.¹ B 01 D 3/00

(40) Zveřejněno 24 06 83
(45) Vydáno 01 12 84

(75)

Autor vynálezu

CRKAL JAN ing., BRNÁ NAD LABEM,
MÜLLER KAREL ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob izolace 2-benzyl-4-chlorfenolu z reakční směsi

Vynález se týká způsobu izolace 2-benzyl-4-chlorfenolu z reakční směsi, připravené reakcí p-chlorfenolu a benzylchloridu za přítomnosti kyselého katexu.

2-benzyl-4-chlorfenol se připravuje reakcí p-chlorfenolu s benzylchloridem v přebytku p-chlorfenolu, při teplotách nad 100 °C, katalyzovanou katexem. Výsledná reakční směs obvykle obsahuje 20 až 35 % hm. 2-benzyl-4-chlorfenolu, 55 až 75 % hm. nezreagovaného

p-chlorfenolu a 0,1 až 10 % hmot. nedestilovatelných látek.

Rafinace surového benzylochlorfenolu se dosud provádí krystalizací z extrakčního benzínu nebo jiného vhodného rozpouštědla. Získá se produkt s vysokým obsahem benzylochlorfenolu. Nevýhodou tohoto způsobu je zavedení další látky do procesu, manipulace s pevnými látkami (krystaly benzylochlorfenolu), nutnost sušení produktu od rozpouštědla, nutnost regenerace rozpouštědla a vznik ztrát na rozpouštědle.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje vynález, jímž je způsob izolace 2-benzyl-4-chlorfenolu z reakční směsi, připravené reakcí benzylochloridu a chlorfenolu za přítomnosti kyselého katexu. Tento způsob spočívá v tom, že se 50 až 95 % nezreagovaného p-chlorfenolu oddělí destilací z filmu reakční směsi za tlaku 130 až 1330 Pa a na to se z destilačního zbytku oddělí rektifikací za tlaku 130 až 1330 Pa jako hlavové produkty frakce p-chlorfenolu a frakce 2-benzyl-4-chlorfenolu. Při postupu podle vynálezu odpadá používání pomocných látek a práce s pevnou fází. Při tom tepelná expozice produktu je minimální a nedochází k jeho tepelnému rozkladu.

Čistý benzylochlorfenol s obsahem p-chlorfenolu do 1 % hmot. se získá tím způsobem, že se z reakční směsi

nejprve oddestiluje na filmové odparce nebo na jednoduchém destilačním zařízení přebytek chlorfenolu. Takto upravená reakční směs se potom podrobí vakuové destilaci na násadové rektifikační koloně. V případě kontinuální rektifikace musí být kolony dvě, zapojené za sebou. Na první koloně se odstraní zbytky chlorfenolu a na druhé se oddělí benzylochlofenol od ostatních látek. Je-li požadován produkt vysoké čistoty, je možno během destilace provádět ještě stripování dusíkem.

Příklad

Do filmové rotační odparky o ploše $0,25 \text{ m}^2$ bylo dávkováno $38,5 \text{ kg/h}$ reakční směsi o složení: $70,4 \%$ p-chlorfenolu, $24,9 \%$ benzylochlofenolu, $3,1 \%$ nedestilovatelných látek a $1,6 \%$ ostatních látek. Teplota dávkované reakční směsi byla 80°C . Tlak na odparce byl 670 Pa , teplota topného média pro ohřev odparky byla 170°C . Páry odcházející z odparky o teplotě 98°C byly kondenzovány v trubkovém chladiči o ploše $1,3 \text{ m}^2$; chlazení bylo provedeno cirkulačním okruhem o teplotě chladicí kapaliny 45 až 55°C . Množství získaného destilátu bylo $25,5 \text{ kg/h}$ a jeho složení bylo následující: $98,4 \%$ p-chlorfenolu, $1,2 \%$ benzylochlofenolu a $0,4 \%$ ostatních látek. Destilát byl vrácen zpět do reakce na výrobu benzylochlofenolu. Z odparky odcházelo $12,0 \text{ kg/h}$ destilačního

zbytku. Destilační zbytek z filmové odparky byl podroben dalšímu čištění na vakuové rektifikační koloně.

Do vařáku rektifikační kolony o obsahu 350 l bylo předloženo 181 kg destilačního zbytku z filmové odparky o následujícím složení: 12,8 % p-chlorfenolu, 76,9 % benzylchlorfenolu, 10,3 % nedestilovatelných podílů. Topení vařáku bylo provedeno delorovým okruhem, teplota deloru byla 224 °C. Vakuum na koloně bylo 260 Pa, tlaková difference 2000 Pa, teplota ve vařáku 190 až 224 °C, teplota v hlavě kolony 159 až 163 °C. Teplota chladicího okruhu byla 45 až 55 °C. Nejprve destiloval p-chlorfenol, který byl jímán do předlohy 1 o obsahu 30 l. Potom destilovala mezifrakce (směs chlorfenolu a benzylchlorfenolu), která byla také jímána do předlohy 1. Hlavní frakce benzylchlorfenolu (produkt) byla jímána do předlohy 2 o obsahu 200 l. Množství první frakce bylo 20,7 kg a její složení bylo následující: 96,2 % p-chlorfenolu, 1,9 % benzylchlorfenolu a 1,9 % ostatních látek. Tato frakce byla vrácena zpět do reakce na přípravu benzylchlorfenolu. Hlavní frakce o váze 106 kg obsahovala 97,4 % benzylchlorfenolu, 0,7 % p-chlorfenolu a 1,9 % ostatních látek.

Množství destilačního zbytku bylo 43,3 kg a obsahoval 0,7 % p-chlorfenolu, 50,3 % benzylchlorfenolu a 49,0 % nedestilovatelných látek. Destilační zbytek je možno dále využít k získání benzylchlorfenolu destilací na filmové odparce.

Předmět vynálezu

225 059

Způsob izolace 2-benzyl-4-chlorfenolu z reakční směsi, připravené reakcí p-chlorfenolu a benzylchloridu za přítomnosti kyselého katechu, vyznačený tím, že se nejprve 50 až 95 % nezreagovaného p-chlorfenolu oddělí destilací z filmu reakční směsi za tlaku 130 až 1330 Pa a na to se z destilačního zbytku rektifikací za tlaku 130 až 1330 Pa oddělí jako hlavové produkty frakce p-chlorfenolu a frakce 2-benzyl-4-chlorfenolu.