

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

56840

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 19.IV.1967 (P 120 084)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.II.1969

Kl. 12 o, 26/03

MKP C 07 f

3/22

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Andrzej Pazgan, mgr Edyta Boboli,
mgr inż. Czesław Lato

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Boryszew” Przedsiębiorstwo
Państwowe, Sochaczew (Polska)

Sposób wytwarzania dwuchloru dwubenzylowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania dwuchloru dwubenzylowego, służącego do otrzymywania związków cynoorganicznych, będących doskonałymi stabilizatorami termicznego rozkładu polichloru winylu.

Dwuchlorek dwubenzylowy otrzymuje się z dobrą wydajnością na drodze pośredniej, przez związki Grignarda. Synteza polega na reakcji chloru benzylomagnezowego z czterochlorkiem cynowym w wyniku której otrzymuje się czterobenzylowy, a następnie na drodze dysproporcjonowania (reakcja Koczeszkowa) czterobenzylowy z czterochlorkiem cynowym otrzymuje się dwuchlorek dwubenzylowy.

Stosowanie tej metody wymaga stosunkowo wysokiego poziomu techniki. Wynika to z konieczności zachowania absolutnie bezwodnego organicznego środowiska reakcji, uzyskiwanego przez osuszanie sodem metalicznym oraz użycia do syntezy reagentów o wysokiej czystości. Ponadto reakcja ta charakteryzuje się gwałtownym przebiegiem, trudnym do opanowania w skali produkcyjnej.

Dwuchlorek dwubenzylowy można również otrzymywać na drodze bezpośredniej przez działanie na sproszkowaną cynę lub cienką folię cyny chlorkiem benzylu przy czym stosowane są różne środowiska reakcji oraz różne katalizatory. Według metody opisananej w C.A. 54 956a, 186a proces polega na bezpośrednim działaniu chlorkiem ben-

2

zylu na sproszkowaną cynę zawieszoną w toluenie. Ci sami autorzy opisują sposób wytwarzania dwuchloru dwubenzylowego z pyłu cynowego i chloru benzylu w środowisku toluenu wobec niewielkiej ilości wody jako katalizatora (J. Am. Chem. Soc. 83 538/1961). Niemiecki opis patentowy nr 1069626 podaje stosowanie, jako środowiska reakcji eteru butylowego. Czas reakcji wynosi około 9 godzin. Brytyjski opis patentowy nr 902360 omawia stosowanie jako katalizatora sproszkowanych metali takich jak żelazo, miedź, rtęć, złoto, platyna lub sole tych metali.

Stwierdzono, że dwuchlorek dwubenzylowy można wytwarzać w sposób prosty z dobrą wydajnością przez działanie na sproszkowaną cynę chlorkiem benzylu w obecności katalizatora w postaci bromku lub jodku potasu, albo jodu metalicznego oraz kwasu fosforowego w środowisku eteru butylowego i ogrzewanie do temperatury 120—145°C. Halogenek potasu lub jod stosuje się w ilości 0,2—2,5% w stosunku do ilości cyny, a kwas fosforowy wprowadza się w ilości 0,1—2% w stosunku do chloru benzylu.

Halogenek potasu lub jod wprowadza się do reakcji bezpośrednio mieszając ze sproszkowaną cyną, a kwas fosforowy miesza się z chlorkiem benzylu co najmniej na 24 godziny przed rozpoczęciem reakcji. Zastosowanie obu tych katalizatorów umożliwia skrócenie czasu reakcji od 1—2 godzin i uzyskanie wydajności około 65% w sto-

sunku do wydajności teoretycznej. Wydajność procesu prowadzonego w analogicznych warunkach, lecz bez użycia wymienionych katalizatorów wynosi około 30% dwuchlorku dwubenzylowego.

Przykład. Do kolby zaopatrzonej w mieszadło, chłodnicę zwrotną i termometr wprowadza się 80 g chlorku benzylu, do którego dodano uprzednio około 8 dni wcześniej 1% kwasu fosforowego, 200 g eteru n-butyłowego i 30 g sproszkowanej cyny, zmieszanej z 0,45 g bromku potasu. Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się do temperatury 135–140°C w ciągu 1 godziny 20 minut i następnie oddziela na gorąco nieprzereagowaną sproszkowaną cynę i chlorek cynawy (SnCl_2). Wykryształizowany osad oddziela się na filtrze próżniowym, przemywa kilkakrotnie eterem naftowym lub benzyną ekstrakcyjną i suszy. Otrzymuje się krystaliczny produkt barwy białej w ilości 55,6 g (60% wydajności teoretycznej) o temperaturze topnienia 156–159°C.

Produkt zawiera 30% cyny i 19% chloru.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania dwuchlorku dwubenzylowego przez reakcję chlorku benzylu ze sproszkowaną cyną w podwyższonej temperaturze w obecności katalizatora, **znamienny tym**, że chlorek benzylu wprowadza się w reakcję ze sproszkowaną cyną w temperaturze 120–145°C w obecności bromku lub jodku potasu albo jodu metalicznego oraz 30–95% kwasu fosforowego jako katalizatorów, przy czym halogenek potasu lub jod stosuje się w ilości 0,2–2,5% wagowych w stosunku do ilości cyny, a kwas fosforowy wprowadza się w ilości 0,1–2% wagowych w stosunku do ilości chlorku benzylu.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że halogenek potasu lub jod miesza się wstępnie ze sproszkowaną cyną a kwas fosforowy miesza się z chlorkiem benzylu co najmniej na 24 godziny przed rozpoczęciem reakcji.