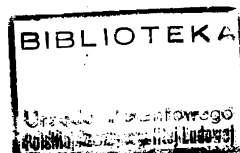


007c 39/36



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 40540

Kl. 12 q, 15/01

Włodzimierz Rodziewicz

Gdańsk, Polska

Jan Dobrowolski

Gdańsk, Polska

Wiesław Wojnowski

Gdańsk, Polska

Katalityczny sposób otrzymywania pięciochlorofenolu z fenolu

Patent trwa od dnia 27 marca 1957 r.

Pięciochlorofenol jest związkiem o właściwościach grzybo- i owadobójczych, a jednocześnie jest on używany do impregnowania drewna. Znalazł on również zastosowanie w różnych gałęziach przemysłu spożywczego i farmaceutycznego, np. stosowany jest przy oczyszczaniu streptomycyny.

Bezpośrednie chlorowanie fenolu, bez użycia katalizatorów, prowadzi zasadniczo tylko do podstawienia trzech atomów wodoru w cząsteczce fenolu atomami chloru. Ażeby otrzymać czterochlorofenol, chlorowano fenol przez długi okres czasu (14 dni). Szybciej reakcja ta przebiegała przy użyciu katalizatorów takich, jak trójtlenek antymonu, jod lub chlorek żelazowy. Nie udało się natomiast otrzymać pięciochlorofenolu z fenolu drogą bez-

pośredniego chlorowania bez użycia katalizatorów.

Dotychczas, przy otrzymywaniu pięciochlorofenolu metodą bezpośredniego chlorowania fenolu, stosowano jako katalizatory trójtlenek antymonu, żelazo, jod, chlorek glinowy, chlorek cynawy, chlorek miedziowy, używając ilości katalizatora rzędu kilku procent, przy równoczesnym zastosowaniu podwyższonej temperatury. Czas trwania tych reakcji był jednak z reguły dość długi a wydajność produktu niewysoka.

W roku 1954 opatentowano w Stanach Zjednoczonych Ameryki metodę otrzymywania pięciochlorofenolu przez hydrolizę sześciochlorobenzenu (patent Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2,692,899). Metoda ta wymaga jed-

nak użycia jako substancji wyjściowej benzenu, który jest trzykrotnie droższy od fenolu, a następnie dodatkowo także drogiego glikolu, podczas hydrolizy. W sposobie tym zastosowano jako katalizatory procesu chlorowania siarkę, selen i tellur.

Stwierdzono nieoczekiwanie, że można łatwo i z dobrą wydajnością otrzymać pięciochlorofenol przez bezpośrednie chlorowanie fenolu jeśli chlorowanie przeprowadza się w przedziale temperatur od 65°C do 200°C przy użyciu odpowiednio rozdrobnionego telluru i jego związków, w charakterze katalizatorów.

Sposobem według wynalazku chlorowanie prowadzi się przy zastosowaniu umiarkowanego tempa przepływu chloru w ciągu około 20 godzin, stosując dodatek katalizatora w ilości poniżej 3%. Wyodrębnienie czystego pięciochlorofenolu, który otrzymuje się z dobrą wydajnością (60—70%), nie następuje trudności

i przeprowadza się je w zwykły sposób, polegający na rozpuszczeniu surowego produktu w stężonym ługu sodowym lub potasowym, wytrąceniu kwasem solnym i krystalizację z któregoś z rozpuszczalników organicznych.

Do celów technicznych nie zachodzi potrzeba oczyszczania produktu, albowiem może on być użyty jako impregnant lub środek owadobójczy w postaci surowej.

Zastrzeżenie patentowe

Katalityczny sposób otrzymywania pięciochlorofenolu z fenolu, znamienny tym, że chloruje się fenol wobec telluru i jego związków, jako katalizatorów, w temperaturze 65—200°C.

Włodzimierz Rodziewicz

Jan Dobrowolski

Wiesław Wojnowski