



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.III.1963 (P 101 152)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 12.X.1965

Kl. 72a 10

MKP C 07 c

49/82
C07c 49/82

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej

Współtwórcy wynalazku: mgr Edyta Boboli, mgr Longin Małaśnicki,
mgr inż. Julia Kamiońska

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 2,2', 4,4' — czterohydroksybenzofenonu

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 2,2', 4,4'-czterohydroksybenzofenonu, jako środka zabezpieczającego masy plastyczne i włókna syntetyczne przed destrukcyjnym działaniem światła.

Znane są sposoby wytwarzania 2,2', 4,4'-czterohydroksybenzofenonu z kwasu beta-rezorcylowego i rezorcyny w obecności tlenochloru fosforu i chloru cynku w środowisku 85%-ego kwasu fosforowego lub w obecności tróchloru fosforu i chloru cynku w środowisku kwasu polifosforowego (opisy patentowe Stanów Zjednoczonych Ameryki nr nr 2854585 i 2.921.962).

Stosowanie kwasu fosforowego lub polifosforowego jako środowiska reakcji w procesie otrzymywania 2,2', 4,4'-czterohydroksybenzofenonu jest dopotliwie z uwagi na korozję aparatury i bezpieczeństwo procesu.

Stwierdzono, że 2,2', 4,4'-czterohydroksybenzofenon można wytwarzać, jeżeli na kwas beta-rezorcylowy i rezorcynę działa się POCl_3 i ZnCl_2 w środowisku organicznych rozpuszczalników chloroalkilowych i chloroarylowych, jak chlorek etylenu, chlorobenzen i obojętne jak toluen, benzen. Prowadzenie reakcji sposobem według wynalazku znacznie upraszcza technologię procesu produkcyjnego i aparaturę, umożliwia odzyskanie rozpuszczalnika, będącego środowiskiem reakcji i pozwala osiągnąć równie wysoką, jak w przytoczonych opisach patentowych, wydajność.

2 Przykład. Do 800 ml chloru etylenu wprowadza się przy mieszaniu 1 mol kwasu beta-rezorcylowego, 1,2 mole rezorcyny i 2 mole bezwodnego chloru cynkowego. Całość ogrzewa się w ciągu 1/2 godziny do temperatury 60°C i wkrapla 4 mole tlenochloru fosforu. Po zakończeniu wkraplania masę reagującą ogrzewa się w temperaturze 60—65°C przez 8—10 godzin, następnie chłodzi do temperatury 30—20°C i wrzuca drobno potłuczony lód przy energicznym mieszaniu i chłodzeniu z zewnątrz. Po kilku godzinach mieszania w temperaturze 0—5°C masę poreakcyjną sący się i przemywa wodą z nad lodu, a następnie 5%-wym roztworem kwaśnego węglanu o temperaturze około 5°C. Odmyty osad rozpuszcza się we wrzącej wodzie i po zakwaszeniu niewielką ilością stężonego kwasu solnego odbarwia pyłem cynkowym i węglem aktywnym i sący. Otrzymany przesącz pozostawia się do krystalizacji w temperaturze 0—5°C. Po odsączeniu, krystaliczny osad przemywa się wodą z nad lodu i suszy w temperaturze około 50°C w suszarce próżniowej. Otrzymuje się krystaliczny jasnożółty produkt 99%-owy o temperaturze topnienia 196—198°C z wydajnością wynoszącą 85% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 2,2', 4,4'-czterohydroksybenzofenonu przez reakcję kwasu beta-rezorcylowego

lowego i rezorcyny w obecności POCl_3 i ZnCl_2 w temperaturze $60-65^\circ\text{C}$, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w środowisku rozpuszczalników

organicznych chloroalkilowych i chloroarylowych jak chlorek etylenu, chlorobenzen i obojętnych jak toluen, benzen, ksylen.

