



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 10. VIII. 1963 (P 102 351)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 3. I. 1966

Kl. 12 o, 2/01

MKP ~~C-07-f~~

C 07c 17/38.

UKD

Współtwórcy wynalazku: Władysław Boniński, Tadeusz Ostrowski

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa
(Polska).

Sposób wydzielania technicznego sześciochlorocykloheksanu z benzenowego roztworu HCH

1

Czysty izomer gamma sześciochlorocykloheksanu otrzymuje się przez wyodrębnienie go z produktu wytwarzanego na drodze addytywnego chlorowania benzenu, zwykle w obecności światła jako katalizatora reakcji. W wyniku tego procesu powstaje mieszanina przestrzennych izomerów sześciochlorocykloheksanu, zawierająca około 13 % izomeru γ oraz inne uboczne produkty reakcji. Mieszanina ta nosi nazwę surowego sześciochlorocykloheksanu, lub technicznego HCH. Proces chlorowania prowadzi się w nadmiarze benzenu tak, aby otrzymać benzenowy roztwór surowego sześciochlorocykloheksanu.

W większości znanych rozwiązań surowy sześciochlorocykloheksan wydziela się z roztworu benzenowego przez dwustopniowe oddestylowanie benzenu, przy czym w drugim stopniu benzen oddestylowuje się najczęściej na wyparkach filmowych.

Taki proces wydzielania technicznego sześciochlorocykloheksanu z roztworu benzenowego jest skomplikowany i drogi, a produkt uzyskany w postaci twardych brył posiada ciemne zabarwienie, zawiera znaczną ilość zesmoлей i odznacza się bardzo nieprzyjemną wonią.

Znany jest również sposób wydzielania technicznego sześciochlorocykloheksanu za pomocą oddestylowania benzenu z parą wodną. W tym przypadku uzyskiwany produkt posiada postać dużych, przylepiających się do ścian aparatu żółtych i lep-

2

kich brył, które trudno jest usunąć z reaktora. Tak wydzielony produkt zawiera około 10—15 % wody i przed poddaniem go operacji wzbogacania wymaga kłopotliwego rozdrabniania i suszenia.

5 Stwierdzono, że niedogodności tych można uniknąć, jeżeli destylację z parą wodną prowadzi się w obecności środków powierzchniowo-czynnych z grupy soli kwasów alkiloarylosulfonowych, najkorzystniej wobec soli sodowej kwasu alkilonaftalenosulfonowego, tak zwanej nekalinu, a następnie części oleiste usuwa z produktu za pomocą wymywania metanolem w temperaturze około 50—60°C.

15 Według wynalazku do roztworu benzenowego produktów otrzymanych w wyniku addytywnego chlorowania benzenu dodaje się przed rozpoczęciem lub podczas destylacji środek powierzchniowo-czynny najkorzystniej nekalinę w ilości 0,05—0,8% w stosunku do zawartości HCH w roztworze benzenowym. Po oddestylowaniu nieprzereagowanego benzenu do reaktora wprowadza się zimną wodę, dzięki czemu HCH wytrąca się w postaci drobnych granulek. Wydzielony produkt po odsączeniu lub odwirowaniu bez uprzedniego rozdrabniania i suszenia wprowadza się do metanolu w ilości 20—80 % w stosunku do wymywanego produktu, ogrzewa do temperatury 50—60°C, miesza w ciągu kilkunastu minut, następnie mieszając oziębia do temperatury 20—0°C i utrzymuje tę 25 temperaturę w ciągu 1—3 godzin, po czym HCH 30

odsącza lub odwirowuje. Otrzymany w postaci drobnokrystalicznej techniczny sześciochlorocykloheksan pozbawiony części oleistych nadaje się do dalszego wzbogacenia.

Sposób według wynalazku upraszcza stosowane dotychczas metody, eliminuje operację rozdrabniania i suszenia i daje produkt biały, drobnokrystaliczny i sypki. Otrzymany produkt jest w znacznym stopniu pozbawiony składników oleistych, wilgoci, nieprzyjemnego charakterystycznego dla HCH zapachu, oraz zanieczyszczeń ulegających rozkładowi w następnych operacjach produkcyjnych w wyniku czego wzrasta bezpieczeństwo korozji aparatury.

Przykład: Do reaktora o pojemności 150 litrów zaopatrzonego w mieszadło i płaszcz grzejno-chłodzący, ładuje się 100 kg benzenowego roztworu HCH otrzymanego w procesie fotosyntezy oraz 50 g nekalinu. Przez bełkotkę doprowadza się parę wodną o ciśnieniu około 1 atm. i oddestylowuje z parą wodną nieprzereagowany benzen wraz z zanieczyszczeniami lotnymi. Destylację prowadzi się do osiągnięcia w reaktorze temperatury około 100°C. Po zakończeniu destylacji uruchamia się mieszadło i wprowadza do reaktora zimną wodę. Wydzielony zgranulowany osad odwirowuje się lub odsącza. Otrzymany w ilości około 18 kg produkt, zawierający około 10% wody, wprowadza się do reaktora o pojemności 25 litrów, zawierającego 8 kg metanolu. Zawartość reaktora utrzymuje się w przeciągu 15 minut w temperaturze 60°C, a następnie schładza do temperatury około 10°C, utrzymując tę temperaturę w ciągu 1 1/2 godziny. Wytrącony osad odwirowuje się lub odsącza.

Otrzymuje się około 16 kg technicznego sześciochlorocykloheksanu, pozbawionego większości zanieczyszczeń i zawierającego około 8% metanolu w postaci białych, drobnych kryształów o bardzo słabym zapachu, nadającego się bez suszenia i dalszej przeróbki do ekstrakcji czystego gamma izomeru.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielania technicznego sześciochlorocykloheksanu z benzenowego roztworu HCH przez oddestylowanie z parą wodną benzenu i lotnych zanieczyszczeń, **znamienny tym**, że destylację prowadzi się z dodatkiem środka powierzchniowo-czynnego z grupy soli kwasów alkiloarylosulfonowych w ilości 0,05 — 0,8% w stosunku do zawartości HCH, a z pozostałości podestylacyjnej wydziela się sześciochlorocykloheksan w postaci drobnych granulek przez wprowadzenie zimnej wody i uwalnia od zanieczyszczeń substancjami oleistymi za pomocą wymywania gorącym metanolem.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że metanol stosuje się w ilości 20 — 80% w stosunku do ilości wytrąconego w postaci zgranulowanej i odsączonego produktu.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, **znamienny tym**, że mieszanie produktu z metanolem ogrzewa się przy mieszaniu do temperatury 50—60°C i utrzymuje w tej temperaturze w ciągu kilkunastu minut, po czym oziębia do temperatury 0—20°C i utrzymuje w tej temperaturze w ciągu 1 — 3 godzin.