

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

131 012

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 80 10 30 /P. 227 570/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 05 10

Opis patentowy opublikowano: 1985 12 30

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Państw. Rejestru

Int. Cl.³ C07C 43/12'

Twórcy wynalazku: Janusz Świętosławski, Zdzisław Żerkowski, Edward Skotnicki,
Janina Chramiec, Helena Dudek, Elżbieta Boroń

Uprawniony z patentu: Zakłady Chemiczne "ORGANIKA-AZOT",
Jaworzno /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA ETERU BIS /2,3,3,3-czterochloropropylowego/

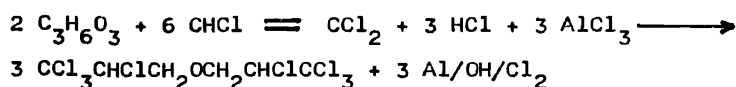
Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania eteru bis /2,3,3,3-czterochloropropylowego/, stosowanego jako synergetyk insektycydów oraz rozpuszczalnik.

Eter bis /2,3,3,3-czterochloropropylowy/ wytwarza się według metody znanej z opisu patentowego RFN nr 2 057 057 z wydajnością 84,1 - 87,5 % przez reakcję eteru 1,1'-dwuchlorodwumetylowego z trójchloroetylenem w obecności bezwodnego chlorku glinowego. Istotną wadą tej metody polega na użyciu kancerogennego eteru 1,1'-dwuchlorodwumetylowego, stwarzającego dla obsługi instalacji produkcyjnej poważne zagrożenie /B.Durren et.al., I.Nat.Canser Inst., 43,481-6 /1969//.

Wadę tę wyeliminowano w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2 913 500 przez zastosowanie reakcji paraformaldehydu z trójchloroetylenem w obecności nadmiaru chlorku glinowego oraz chlorku metylenu jako rozpuszczalnika. W metodzie tej otrzymuje się produkt z wydajnością tylko 64 %, przy jednoczesnym dużym zużyciu bezwodnego chlorku glinowego na masę eteru bis /2,3,3,3-czterochloropropylowego, rzędu 1500 kg/t.

Parametry te znacznie poprawiono w opisie patentowym RFN nr 2 233 489, gdzie wytworzono produkt z wydajnością 85 - 86 % przez reakcję paraformaldehydu z trójchloroetylenem w obecności chlorowodoru. Sposób ten tylko formalnie pomija stosowanie kancerogennego eteru 1,1'-dwuchlorodwumetylowego, bowiem tworzy się on przy przepuszczeniu gazowego chlorowodoru przez zawieszinę paraformaldehydu w trójchloroetylenie zgodnie z równaniem reakcji:
$$/CH_2O/_{\text{n}} + 2 \text{ n HCl} \rightleftharpoons \text{n} \cdot \text{ClCH}_2\text{OCH}_2\text{Cl} + \text{nH}_2\text{O}$$

Omówione wyżej wady znanych metod wytwarzania eteru bis /2,3,3,3-czterochloropropylowego/ usunięto w metodzie według wynalazku, pozwalającej na otrzymanie tego związku z wydajnością powyżej 90 %, zużywając do tego celu nie więcej niż 400 kg AlCl_3 /t produktu. Metoda według wynalazku polega na tym, że na mieszaninę bezwodnego chlorku glinowego z trójchloroetylenem działa się jednocześnie chlorowodem i 1,3,5-triokeanem, ko-
rzystnie rozpuszczonym w trójchloroetylenie zgodnie z równaniem:



Stosunek molowy trioksan: trójchloroetylen: chlorek glinowy: chlorowódz w metodzie według wynalazku zmienia się w granicach 1 : 3-10 : 1,5-10 : 1,5-2. Reakcję prowadzi się w temperaturze 10 - 40°C w ciągu 0,5 - 30 godzin.

Istotę wynalazku wyjaśniają niżej podane przykłady, które nie ograniczają zakresu jego stosowania.

P r z y k ł a d I. W reaktorze o pojemności 1 l umieszczono 100 g bezwodnego chlorku glinowego oraz 200 g trójchloroetyleny. Przy włączonym mieszadle wkroplono przez 5 godzin roztwór 54 g trioksanu w 300 g trójchloroetyleny w temperaturze 15 - 25°C, przepuszczając jednocześnie przez mieszaninę reakcyjną 80 l suchego chlorowodoru. Następnie do reaktora wprowadzono 800 ml wody zakwaszonej 100 ml stężonego kwasu solnego, mieszano 30 minut, oddzielono dolną warstwę organiczną, z której oddestylowano nadmiar trójchloroetyleny z parą wodną, otrzymując 297 g produktu o zawartości 95 % eteru bis /2,3,3,3-czterochloropropylowego/ co stanowi 99 % wydajności w stosunku do AlCl_3 . Produkt ten można dodatkowo oczyścić przez destylację próżniową, przy temperaturze wrzenia 150°C pod ciśnieniem 13 hPa. W ten sposób otrzymuje się 254 g czystego produktu z wydajnością 92 %.

P r z y k ł a d II. Stosując identyczne ilości trójchloroetyleny i 0,5 mola trioksanu oraz sposób postępowania zgodny z podanym w przykładzie I wykonano szereg reakcji, których wyniki przedstawiono w tabeli 1.

T a b e l a 1

nr doświadczenia	Ilość substratów w molach		Otrzymano produkt surowy	
	AlCl_3	HCl^1	Ilość w gramach	Czystość w %
1	0,75	2	285	95,2
2	0,75	5	293	93,8
3	0,75	-	115	84,4
4	1,50	-	67	39,9

^{1/} cyfra w tablicy oznacza ilość moli przepuszczonego chlorowodoru, z którego tylko część absorbowała się w środowisku reakcji, nadmiar zaś zaabsorbowany był w wodzie.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania eteru bis /2,3,3,3-czterochloropropylowego, z n a m i e n n y t y m, że jednoczesnej reakcji poddaje się 1,3,5-trioksan z trójchloroetylenem, w obecności bezwodnego chlorku glinowego i chlorowodoru, przy czym stosunek molowy trioksanu, trójchloroetyleny, chlorku glinowego i chlorowodoru wynosi odpowiednio 1 : 3-10 : 1,5-10 : 1,5-2, a reakcję prowadzi się w temperaturze 10-40°C w ciągu 0,5 - 30 godzin.