

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55678

Patent dodatkowy
do patentu: _____

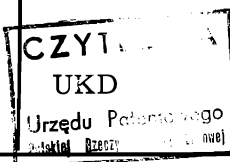
Zgłoszono: 26. VII. 1966 (P 115 786)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 27. VIII. 1968

Kl. 12 o, 2/05

MKP C 07 c 17/12



Współtwórcy wynalazku: mgr Wojciech Nawrot, mgr Henryk Tatur,
inż. Tadeusz Blauth, Zygmunt Rafalski

Właściciel patentu: Zjednoczone Zespoły Gospodarcze, Warszawa (Polska)

Sposób katalitycznego chlorowania polifenoli surowych i destylowanych oraz naftalenu i jego pochodnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób chlorowania polifenoli surowych i destylowanych oraz naftalenu i jego pochodnych w obecności katalizatora oraz środka wiążącego wodę w sposób chemiczny, wówczas gdy środowisko reakcji zawiera wodę.

Obecnie przy chlorowaniu wyszczególnionych wyżej związków stosuje się jako katalizatory tlenki i chlorki antymonu trój- i pięciowartościowego. Czas chlorowania tych związków w procesie produkcyjnym trwa 12—16 godzin.

Katalizatory antymonowe, na skutek wrażliwości na zatrucie wodą i związkami siarki, tracą swą aktywność, wskutek czego czas chlorowania przedłuża się.

Celem wynalazku jest skrócenie procesu chlorowania związków aromatycznych przez zastosowanie odpowiedniego katalizatora oraz środków przeciwdziałających spadkowi jego aktywności w czasie pracy na skutek działania takich trucizn, jak woda.

Stwierdzono, że odpowiednim katalizatorem do tego celu jest trójtlenek jodu, który w porównaniu ze znanymi katalizatorami pozwala na skrócenie czasu chlorowania o 40%, a ponadto nie ulega dezaktywacji na skutek obecności siarki i jej związków. W celu usunięcia wody z surowca wprowadza się do niego dodatek bezwodnika octowego, lub innego bezwodnika kwasowego wiążącego wodę w sposób chemiczny.

Trójtlenek jodu dzięki swemu rodnikowemu

2

charakterowi przewyższa inne stałe katalizatory, stosowane zwykle w procesach chlorowania.

Sposobem według wynalazku polifenole surowe i destylowane oraz naftalen i jego pochodne zawierające do 3% wody osusza się za pomocą bezwodnika octowego, lub innego bezwodnika kwasowego wiążącego wodę w sposób chemiczny, po czym dodaje się trójtlenek jodu jako katalizatora, a następnie prowadzi się proces chlorowania w temperaturze odpowiedniej dla poszczególnych związków. Trójtlenek jodu stosuje się w ilości do 2% wagowych w stosunku do masy chlorowanej. Bezwodnik kwasowy stosowany do wiązania wody można wprowadzać do surowca w ilości do 5% wagowych.

W celu porównania działania dotychczas stosowanych katalizatorów w procesie chlorowania naftalenu i polifenoli z nowym katalizatorem w postaci trójtlenku jodu (JCl_3) chlorowano w identycznych warunkach wymienione wyżej związki raz przy użyciu tlenków antymonowych, a następnie trójtlenku jodu. Wyniki tych doświadczeń przedstawiono w poniższych przykładach.

Przykład I. 123 g naftalenu łuskowego zawierającego 0,3% wody stopiono w temperaturze 80°C, po czym dodano 1 g bezwodnika kwasu octowego, 0,15 g trójtlenku jodu jako katalizatora i przepuszczano umiarkowanym strumieniem chlor

gazowy z butli. Po 9 godzinach chlorowania w temperaturze 80°C masa substratu podniosła się do 268 g, co odpowiada masie czterochloronaftalenu, zwanemu potocznie woskolem surowym, o temperaturze topnienia 131°C.

Ilość wprowadzonych atomów chloru do pierścieni oznaczono metodą Stiepanowa.

Analogiczna próba chlorowania naftalenu chlorowanego w obecności tlenków antymonu jako katalizatora wykazała przyrost masy do 268 g dopiero po 15 godzinach chlorowania.

Przykład II. 170 g polifenoli destylowanych, zawierających głównie ortofenylofenol i częściowo parafenylofenol oraz 0,3% wody dodano 1 g bezwodnika kwasu octowego w celu związania wody, następnie po ogrzaniu do temperatury 70°C dodano 0,2 g tróchlorku jodu i przepuszczano gazu chloru z butli. Po 4 godzinach chlorowania w temperaturze 70°C przyrost masy wyniósł 40,1 g, co odpowiada wprowadzeniu 1 atomu chloru do pierścienia polifenolu.

Ilość podstawionych atomów chloru sprawdzono metodą Stiepanowa.

Analogiczna próba chlorowania polifenoli destylowanych w obecności tlenków antymonu jako katalizatora, spowodowała przyrost masy o 40,1 g dopiero po 7,5 godzinach.

Tróchlorok jodu jako katalizator w procesach chlorowania polifenoli surowych i destylowanych oraz naftalenu i jego pochodnych skraca proces chlorowania w warunkach laboratoryjnych do 40% w stosunku do procesów chlorowania kontynuowanych przy udziale znanych katalizatorów, dając w konsekwencji znacznie mniejsze zużycie energii cieplnej i chloru oraz umożliwia zwiększenia wydajności produkcji przy tych samych urządzeniach.

Zużycie tróchlorku jodu na jedną tonę chlorowanego surowca wynosi średnio 1 kg, co w przeliczeniu na czysty jod wynosi 0,5 kg na 1 tonę chlorowanego związku.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób katalitycznego chlorowania polifenoli surowych i destylowanych oraz naftalenu i jego pochodnych, **znamienny tym**, że surowiec zawierający do 3% wody traktuje się bezwodnikiem kwasu octowego lub innym bezwodnikiem kwasowym w ilości do 5% wagowych w celu związania zawartej w nim wody, po czym chloruje w obecności tróchlorku jodu jako katalizatora, wprowadzonego w ilości do 2% wagowych w stosunku do chlorowanego surowca.

