



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

197691

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 11 11 77
(21) (PV 7392-77)

(40) Zverejnené 31 08 79

(45) Vydáno 28 02 83

(51) Int. Cl.³
C 07 C 25/18
C 07 C 17/12

(75)

Autor vynálezu

LIŠHÁK PAVOL ing., STRÁŽSKE

(54) Spôsob výroby 2-monochlórdifenyly

Vynález sa týka spôsobu výroby 2-monochlórdifenyly, ktorý je založený na príprave zmesi chlórdifenylov chloráciou difenyly a izolácii uvedeného izoméru z tejto zmesi kombináciou vhodných separačných metód.

Doteraz popísané spôsoby prípravy 2-monochlórdifenyly sú založené najčastejšie na postupoch používajúcich benzén a jeho deriváty ako východiskové suroviny pre syntézu zmesí produktov, v ktorých má 2-monochlórdifenyly dominantné zastúpenie. Pripravená zmes sa čistí napríklad rektifikáciou, stĺpcovou chromatografiou, kryštalizáciou apod. Nevýhodou uvedenej skupiny postupov je značná časová náročnosť a nízke výťažky niekoľkostupňových syntéz.

Iný postup používa ako východiskovú surovinu zmes chlórdifenylov, z ktorej sa jednotlivé zložky, medzi nimi 2-monochlórdifenyly, izolujú metódou preparatívnej plynovej alebo kvapalinovej chromatografie. Nevýhodou tohoto postupu je okrem vysokých nárokov na technické parametre použitého zariadenia najmä skutočnosť, že možnosť prípravy väčších množstiev 2-monochlórdifenyly je obmedzená spravidla nízkou kapacitou zariadení vhodných pre realizáciu uvedenej metódy.

Podstata riešenia podľa vynálezu spočíva v tom, že sa zo zmesi chlórdifenylov primeraného zloženia rektifikáciou, vytavením eutektika

a kryštalizáciou pripraví 2-monochlórdifenyly čistoty vyššej ako 99 %.

Ako východisková surovina pre výrobu 2-monochlórdifenyly sa použije zmes chlórdifenylov, pripravená chloráciou difenyly, v ktorej obsah viazaného chlóru môže byť 10 až 35 %, s výhodou 17 až 20 %, pričom jej hustota je z intervalu 1,15 až 1,35.10³ kg.m⁻³. 2-monochlórdifenyly je v uvedenej zmesi zastúpený v množstve 25 až 50 %.

Rektifikáciou popísanej zmesi na účinnej kolone získa sa frakcia s bodom varu zodpovedajúcim 387 až 389 K pri 666 Pa, obsahujúca prevažne 2-monochlórdifenyly. Táto frakcia po ochladení na teplotu nižšiu ako -280 K stuhne. Po vyhriatí na teplotu 301 až 305 K, sa z nej odstráni kvapalná eutektická zmes 2-monochlórdifenyly a prítomných nečistôt. Tuhý podiel z frakcie, obsahujúci menej ako 3 % nečistôt sa rozpustí vo vhodnom rozpúšťadle, z ktorého vykryštalizuje 2-monochlórdifenyly viac ako 99 % čistoty.

Výhodou postupu podľa vynálezu je skutočnosť, že namiesto radu syntéz s pomerne nízkymi výťažkami, použije sa pre prípravu medzi produktu obsahujúceho 2-monochlórdifenyly jediná reakcia, chlorácie difenyly na vhodnom katalyzátore, ktorej výťažok môže byť až 50 %, pričom vznikajúci vedľajší produkt môže slúžiť pre prípravu ďalších chlórdifenylov.

Popísaný spôsob umožňuje materiálovo i časovo nenáročným postupom pripraviť veľké množstvá 2-monochlórdifenyly vysokej čistoty z bežne dostupných východiskových surovín.

Príklad postupu:

Chloráciou 500 g difenyly s prídavkom 1 g chloridu železitého plynným chlórrom privádzaným na dno sklenenej banky guľovitého tvaru pri teplote 360 K za stáleho miešania, získa sa 600 g reakčnej zmesi s hustotou $1,2 \cdot 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Táto zmes sa neutralizuje v reakčnej banke po pridaní 20 g desaťpercentného roztoku hydroxidu sodného v metylalkohole pri teplote 330 až 340 K.

Zloženie reakčnej zmesi stanovené chromatografickou analýzou bolo nasledovné:

difenyl	22 %
2-monochlórdifenyl	41 %
iné chlórdfenyly	37 %

Uvedená zmes sa frakčne rozdestilovala pri použití sklenenej kolóny dĺžky 0,5 m s vnútorným priemerom 53 mm, ktorá bola naplnená Berlovými sedielkami veľkosti 4 až 6 mm. Pri tlaku 666 Pa bola odobraná frakcia vrúca v rozmedzí teplôt 387 až 389 K v množstve 220 g.

Zloženie uvedenej frakcie stanovené chromatografickou analýzou bolo nasledovné:

difenyl	3 %
2-monochlórdifenyl	91 %
iné chlórdfenyly	6 %

Frakcia stuhla pri ochladení na teplotu 273 K za vzniku dobre vyvinutých kryštálov charakteristického ihlicovitého tvaru.

Takto upravená zmes bola priamo v rotujúcom bubne odstredivky vyhriata na teplotu 303 K, pričom sa z nej odstránila vznikajúca kvapalná eutektická zmes. Uvedenou operáciou sa získalo 154 g tuhého podielu.

Zloženie popísaného tuhého podielu, stanovené chromatografickou analýzou bolo nasledovné:

difenyl	stopy
2-monochlórdifenyl	98 %
iné chlórdfenyly	2 %

K 150 g získaného tuhého podielu bolo pridané 200 g etylalkoholu. Zmes sa udržiavala pri bode varu do rozpustenia prítomných kryštálov. Po ochladení roztoku na teplotu okolia vykryštalizovalo 120 g 2-monochlórdifenyly s obsahom menej ako 1 % nečistôt. Bod topenia získaných kryštálov bol 306,5 až 307,5 K.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby 2-monochlórdifenyly zo zmesi chlórdfenylov pripravenej chloráciou difenyly, vyznačujúci sa tým, že sa z chloračnej zmesi s hustotou 1,15 až $1,35 \cdot 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ a obsahom viazaného chlóru 10 až 35 % rektifikáciou oddeľí frakcia s bodom varu zodpovedajúcim 387

až 389 K pri tlaku 666 Pa, ktorá ochladením stuhne, po zahriatí na teplotu 301 až 305 K sa z nej odstráni kvapalná eutektická zmes a zostávajúci tuhý podiel obsahujúci viac ako 97 % 2-monochlórdifenyly sa dočistí s výhodou kryštalizáciou z etylalkoholu.