



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

216 862
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 63/10

(C 07 C 63/10, 51/50)

[22] Prihlášené 21 07 80

[21] PV 5126-80

[40] Zverejnené 29 01 82

[45] Vydané 31 10 84

[75]

Autor vynálezu

DIMUN Milan, Ing., POLIEVKA Milan, Ing. CSc.,
KAVALA Miroslav, Ing., Prievdza, JUREČEKOVÁ Emília, Ing., Žabokreky,
HLAVÁČ Stanislav, Prievdza, PALLAYOVÁ Jarmila, Ing., Bojnice,
MACHO Richard, Nováky

[54] Spôsob stabilizácie benzoylchloridu

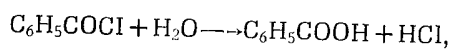
Vynález sa týka spôsobu stabilizácie benzoylchloridu prísadami, resp. privedením do styku s aspoň jednou látkou zo skupiny hexametyléntetramín, glycidylétery, anorganické soli kyselín, zvlášť uhličitany a octany alkalických kovov a kovov alkalických zemin, prepúšťaním cez vrstvu obsahujúcu tieto látky a/alebo pridaním priamo do benzoylchloridu v množstve 0,01 až 3 % hmot., s výhodou 0,1 až 2 % hmot.

(54) Spôsob stabilizácie benzoylchloridu

1

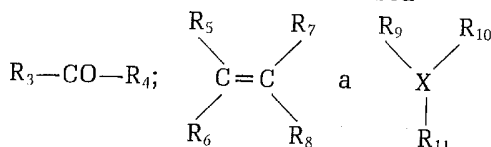
Vynález sa týka jednoduchého spôsobu stabilizácie benzoylchloridu aplikáciou širokej škály technicky dostupných prísad.

Je známe, že benzoylchlorid je látka veľmi citlivá na vodu aj vo forme vlhkosti, pričom aj za teploty miestnosti okrem kyseliny benzoovej vzniká aj chlorovodík:



Chlorovodík obzvlášť korozívne pôsobí na kovové obaly, armatúry, zásobníky a pod. Tento nepriaznivý účinok sa zvlášť výrazne prejavuje dlhodobým skladovaním alebo prepravou, a preto sa ako konštrukčné materiály, prichádzajúce do styku s benzoylchloridom, používajú buď drahé kovové materiály obsahujúce deficitné kovy alebo špeciálne syntetické materiály. Použitie skla je v mnohých prípadoch vylúčené prepravnými predpismi.

Z literatúry (NSR pat. č. 2 848 356) je známa stabilizácia chloridov aromatických karboxylových kyselín, kam patrí aj benzoylchlorid, voči zmene sfarbenia, prídavkom stabilizátorov všeobecného vzorca



Ďalej je známa stabilizácia polyacylchloridov polykarboxylových kyselín, napr. adipoylchloridu, dimetylformamidom, N-formylmorfolínom a N-formylpolyetylénimínom (USA pat. č. 3 557 205). Dochádza však k znečisteniu vlastného produktu.

Uvedené nedostatky odstraňuje však spôsob stabilizácie benzoylchloridu pomocou stabilizátorov, ktorý sa uskutočňuje tak, že benzoylchlorid sa privedie do styku s aspoň jednou látkou zo skupiny hexametyléntetramín, glycidylétery, anorganické a organické soli kovov I. a II. skupiny periodického systému prvkov, s výhodou zásadito reagujúcich solí alkalických kovov a/alebo kovov alkalických zemín, a amónne soli alebo so zmesou týchto látok s močovinou, prepúšťaním cez vrstvu obsahujúcu tieto látky a/alebo sa uvedené látky priamo pridávajú do benzoylchloridu v množstve 0,01 až 3 % hmot., s výhodou 0,1 až 2 % hmot., vzťahnuté na benzoylchlorid.

Výhodou spôsobu podľa tohto vynálezu je skutočnosť, že pridávané látky ako stabilizátory sú jednak technicky ľahko dostupné, jednak okamžite blokujú účinok vlhkostou vznikajúceho chlorovodíka, pričom sú s benzoylchloridom ľahko a jednoduchým spôsobom oddeliteľné, napríklad filtráciou, dekantáciou, odstredovaním, pričom prakticky nezvyšujú náklady na výrobu, dopravu a skladovanie benzoylchloridu.

Látky, ktoré sa môžu použiť ako stabilizátory, sú ľubovoľné anorganické a/alebo organické soli slabých kyselín a alkalických

2

kovov a/alebo kovov alkalických zemín, pričom uprednostňuje sa prídavok zásadito reagujúcich látok, predovšetkým solí alkalických kovov a kovov alkalických zemín so slabými kyselinami a/alebo amónne soli takýchto kyselín, ďalej organické dusíkaté látky, ako hexametyléntetramín, močovina, ďalej glycidylétery a pod.

Uvedené látky možno aplikovať buď jednotlivito alebo v zmesiach dvoch, prípadne viacerých látok. Ich aplikácia sa realizuje buď ich priamym pridaním do benzoylchloridu alebo prepúšťaním benzoylchloridu cez vrstvu obsahujúcu tieto zlúčeniny, buď samotné alebo na inertnom nosiči. Je možné však voliť aj taký postup, že benzoylchlorid sa najskôr vedie vrstvou obsahujúcou stabilizátor a následne sa pridáva aspoň jedna soľ, pričom tento postup má výhodu v tom, že pridávané množstvo je relatívne veľmi malé, takže obvykle ho nie je potrebné z benzoylchloridu ani odstraňovať.

K parametrom, ktoré ovplyvňujú potrebné množstvá pridávaného stabilizačného prostriedku, patrí predovšetkým obsah vody v benzoylchloride, doba skladovania, ako aj vlastný spôsob stabilizácie. Pridávané množstvo stabilizátora vzhľadom na obsah vody musí byť väčšie ako je množstvo teoreticky vzniknutého chlorovodíka z benzoylchloridu pôsobením sumárneho množstva vody. Predlžovaním doby skladovania ako aj nedostatočným spôsobom zamedzenia prístupu vlhkosti sa základné množstvo pridávaného stabilizačného prostriedku zvyšuje. Ak sa stabilizácia uskutočňuje tak, že sa pred skladovaním alebo expedíciou benzoylchlorid vedie najskôr cez vrstvu s účinnou látkou, v dôsledku odstránenia už vzniknutého chlorovodíka, prípadne aj vlhkosti, znižuje sa potrebné množstvo dodatočne pridávaného stabilizačného prostriedku.

S prihliadnutím na uvedené skutočnosti pohybuje sa množstvo pôsobiacej anorganickej a/alebo organickej soli obvykle v hraniciach 0,01 až 3 % hmot., a len výnimočne je potrebné pridávať väčšie množstvo.

Nasledujúce príklady ukazujú niektoré typické prípady stabilizácie, nevyčerpávajú však všetky možnosti postupu podľa vynálezu.

Príklad 1

Do širokohrdlej banky sa nadávkuje 500 g technického benzoylchloridu a vloží sa dnu železný plech o rozmere 30×100 mm, ktorý pred ponorením sa vysuší, odváži. Potom sa banka uzavrie a ponechá sa pri teplote miestnosti počas dvoch mesiacov. Po uplynutí tejto doby sa vzorka plechu vyberie, opláchne destilovanou vodou, vysuší, odváži a z hmotnostnej diferencie, ako aj zo vzhľadu (vizuálne) sa hodnotí korozívny účinok.

Použité látky — stabilizátory, ako aj výsledky sú z jednotlivých pokusov spracované v tabuľke 1.

Tabuľka 1

216 882

Pokus číslo	Látka (stabilizátor)	Množstvo (% hmot.)	Hodnotenie		
			benzoylchlorid	kovová vzorka	
				vizuálne	gravimetricky (% hmot.)
1	referenčný pokus — bez prídavku stabilizátora	0	tmavý	škvrny, strata lesku	— 0,15
2	uhlíčitán draselný	0,5	bez zmeny	strata lesku	0
3	uhlíčitán sodný	0,5	bez zmeny	strata lesku	0
4	uhlíčitán amónny	0,5	nažltlý	strata lesku	odchýlka v rámci prípustného roz- ptylu merania
5	kysličník vápenatý	3,0	bez zmeny	na povrchu prichytené častočky CaO	+ 0,001
6	fosforečnan sodný	1,0	bez zmeny	bez zmeny	0
7	síran železitoamónny	0,5	nažltlý	miestna jemná zmena lesku	odchýlka v rámci prípustného roz- ptylu merania
8	síran železnatý	0,5	bez zmeny	miestna jemná zmena lesku	odchýlka v rámci prípustného roz- ptylu merania
9	síran horečnatý	0,5	bez zmeny	bez zmeny	0
10	uhlíčitán vápenatý	1,0	bez zmeny	bez zmeny	0
11	octan sodný	0,5	bez zmeny	bez zmeny	0
12	hexametyléntetramín	0,5	bez zmeny	bez zmeny	0

Pokus číslo	Látka (stabilizátor)	Množstvo (% hmot.)	Hodnotenie		
			benzoylchlorid	kovová vzorka	
				vizuálne	gravimetricky (% hmot.)
13	fenylglycidyléter	0,005	bez zmeny	strata lesku	0
14	fenylglycidyléter	0,5	bez zmeny	bez zmeny	0
15	butylglycidyléter	0,01	bez zmeny	bez zmeny	0
16	močovina; hexametyléntetramín 1 : 1	0,3 0,4	bez zmeny	miestna strata lesku	0
17	hexametyléntetramín; fenylglycidyléter	0,5 0,05	bez zmeny	bez zmeny	0
18	butylglycidyléter; octan sodný	0,06 0,8	bez zmeny	bez zmeny	0
19	uhličitan draselný; uhličitan sodný	0,3 0,4	bez zmeny	bez zmeny	0
20	uhličitan draselný; kysličník vápenatý	0,3 2,5	bez zmeny	na povrchu prichytené častočky CaO	+ 0,0005
21	síran železnatý; síran horečnatý	0,3 0,3	bez zmeny	jemná miestna strata lesku	0
22	uhličitan sodný; uhličitan vápenatý	0,6 0,6	bez zmeny	bez zmeny	0

Sklenená rúrka priemeru 30 mm, opatrená na jednom konci tromi vpichmi, sa vo vertikálnej polohe naplní účinnou látkou — stabilizátorom, do výšky 300 mm a na hornom konci sa vzduchotesne prepojí na banku, pričom na atmosferický tlak sa táto banka napojí cez chlóralkaliovú rúrku, naplnenú vysušeným chloridom vápenatým. Na spodnom konci je rúrka napojená na vyššie

položenú nádobku so zásobným benzoylchloridom cez trojcestný kohút, na ktorého ďalší vývod je napojený prívod dusíka cez práčku s kyselinou sírovou a sušiacu banku s vyžíhaným chloridom vápenatým. Pred prepúšťaním benzoylchloridu cez vrstvu sa celá aparatura prefúka suchým dusíkom a pretečený benzoylchlorid sa zhodnotí ako v príklade 1. Dosiahnuté výsledky sú v tabuľke 2.

Tabuľka 2

Pokus číslo	Náplň kolóny stabilizátor	Hodnotenie		
		benzoylchlorid	kovová vzorka	
			vizuálne	gravimetricky (% hmot.)
1	referenčný pokus — bez prídavku stabilizátora	tmavý	škvrny, strata lesku	— 0,15
2	uhličitan sodný	bez zmeny	strata lesku	0
3	kysličník vápenatý	bez zmeny	na povrchu prichytené čiastočky CaO	+ 0,001
4	síran železnatý	nažltlý	miestna jemná strata lesku	odchýlka v rámci prípustného rozptylu merania
5	uhličitan vápenatý	bez zmeny	bez zmeny	0
6	hexametyléntetramín	bez zmeny	bez zmeny	0
7	butylglycidyléter	bez zmeny	bez zmeny	0
8	uhličitan sodný; fosforečnan sodný	bez zmeny	bez zmeny	0
9	síran železitoamónny; uhličitan amónny	nažltlý	jemná strata lesku	odchýlka v rámci prípustného rozptylu merania
10	močovina; fenylglycidyléter	bez zmeny	bez zmeny	0
11	octan sodný; uhličitan draselný	bez zmeny	bez zmeny	0

Poznámka: zložky zmesného stabilizátora sú v pomere 1:1.

Príklad 3

5

Postupuje sa ako v príklade 2, t. j., že benzoylchlorid sa prepúšťa cez vrstvu stabilizátora. Pretečený benzoylchlorid sa ďalej stabilizuje prídavkom účinných látok priamo do benzoylchloridu.

6

Stabilizovaný benzoylchlorid sa hodnotí ako v príklade 1, pričom dosiahnuté výsledky sú zhrnuté do tabuľky 3.

Tabuľka 3

Pokus číslo	Náplň kolóny	Pridaná látka		Hodnotenie		
		stabilizátor	množstvo (% hmot.)	benzoylchlorid	kovová vzorka	
					vizuálne	gravimetr. (% hmot.)
1	siřan železnatý	močovina	0,3	bez zmeny	bez zmeny	0
2	hexametyléntetramín	fosforečňan sodný	0,8	bez zmeny	bez zmeny	0
3	uhličitan sodný	fenylglycidyléter	0,08	bez zmeny	bez zmeny	0

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob stabilizácie benzoylchloridu pomocou stabilizátorov, vyznačujúci sa tým, že benzoylchlorid sa privedie do styku s aspoň jednou látkou zo skupiny hexametyléntetramín, glycidylétery, anorganické a organické soli kovov I. a II. skupiny periodického systému prvkov, s výhodou zásadito reagujúcich solí alkalických kovov a/alebo kovov alkalických zemín, amónne soli, alebo so zmesou týchto látok s močovinou, prepúšťa-

ním cez vrstvu obsahujúcu tieto látky a/alebo sa uvedené látky priamo pridávajú do benzoylchloridu v množstve 0,01 až 3 % hmot., s výhodou 0,1 až 2 % hmot., vztiahnuté na benzoylchlorid.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa priamo do benzoylchloridu pridá uhličitan sodný a/alebo draselný v množstve 0,01 až 2,5 % hmot.