

C07c 25/14



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 39998

Kl. 12 o, 2/01

Instytut Barwników i Półproduktów*)

Warszawa, Polska

Sposób ciągły chlorowania chlorem gazowym w łańcuchu bocznym toluenu lub innych węglowodorów aromatycznych

Patent trwa od dnia 17 grudnia 1955 r.

Stwierdzono, że chlorowanie toluenu w łańcuchu bocznym do chlorku benzylu za pomocą chloru gazowego w procesie ciągłym przebiega szybciej i łatwiej niż w stosowanych dotychczas sposobach, opartych na naświetlaniu światłem odpowiedniej długości fal, jeśli przeprowadza się je w obecności azoizobutylnitrylu.

Sposobem według wynalazku chlorowanie prowadzi się w ciemności, co upraszcza aparaturę i w stosunkowo niskich temperaturach (70—106°C). Wydajność procesu wynosi 80—85%, licząc na przereagowywany toluen. Jako produkt uboczny otrzymuje się chlorek benzylidenu, który można wydzielić drogą destylacji z surowej mieszaniny poreaekcyjnej, zawierającej około 53% czystego chlorku benzylu, praktycznie wolnego od chloropochodnych w pierścieniu.

Ciągłość sposobu zapewnia wysoką zdolność

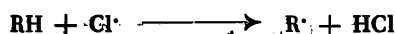
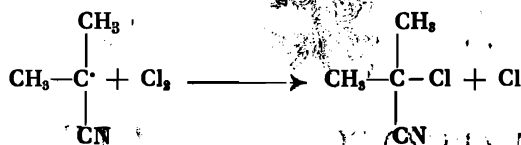
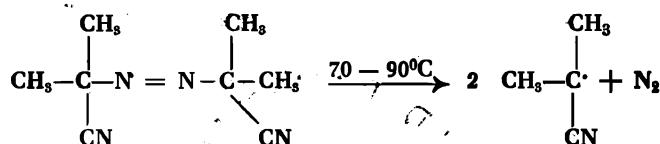
produkcyjną instalacji, wynoszącą przynajmniej 1 tonę miesięcznie surowego 53%-owego chlorku benzylu na 1 litr objętości kolumny.

Sposobem według wynalazku można chlorować w łańcuchu bocznym oprócz toluenu również i inne węglowodory aromatyczne.

W przypadku chlorowania sposobem według wynalazku toluenu do chlorku benzylu wystarczy dodanie 0,05% azoizobutylnitrylu (łatwo rozpuszczalnego w toluenie), w stosunku do ilości toluenu, aby zapewnić bardzo intensywne chlorowanie w łańcuchu bocznym już w temperaturze 70—90°C. W temperaturze tej wprowadzony azoizobutylnitryl rozkłada się, tworząc rodniki reagujące łatwo z chlorem gazowym, przy czym powstaje aktywny chlor atomowy, wywołujący łańcuchową reakcję z chlorowanym węglowodorem.

Przebieg chlorowania według wynalazku przedstawiono za pomocą równań chemicznych, w których R oznacza rodnik łańcucha bocznego węglowodoru aromatycznego

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. mgr Leon Klahr, mgr Edward Wieteska i mgr Józef Masłosz.



Przykład. Przez kolumnę wykonaną z tworzywa odpornego na działanie chloru i chlorowodoru i nie zawierającego metali katalizujących chlorowanie w pierścieniu w warunkach reakcji, o pojemności 800 ml wypełnioną toluenem o zawartości 0,05% azoizobutylnitrylu po nagrzaniu do temperatury 75°C przepuszcza się suchy chlor gazowy z szybkością 360 g/na godzinę. Po osiągnięciu wzrostu ciężaru właściwego masy reakcyjnej do $d = 1,06$ doprowadza się do kolumny dalsze ilości toluenu z taką szybkością, aby produkt odbierany w przelewie posiadał wyżej wspomniany ciężar właściwy (około 580 g toluenu na godzinę).

W czasie trwania reakcji temperatura podnosi się do 106°C. Uchodzący chlorowódor odłotowy, kontrolowany na obecność wolnego chloru, łapie się w wodnych absorberach.

W ciągu 5 godzin chlorowaniu ulega około 1900 g toluenu, przy czym otrzymuje się około 3800 g surowego chlorku benzylu, zawierającego 53% czystego chlorku benzylu. Chlorek benzylu wyodrębnia się drogą destylacji cząsteczkowej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ciągły chlorowania chlorem gazowym w łańcuchu bocznym toluenu lub innych węglowodorów aromatycznych, znamieny tym, że chlorowanie prowadzi się w obecności azoizobutylnitrylu.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że dodaje się około 0,05% azoizobutylnitrylu w stosunku do ilości chlorowanego toluenu.
3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że chlorowanie prowadzi się w temperaturze od 75—106°C.
4. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że chlorowanie prowadzi się w ciemności, bez naświetlania.

Instytut Barwników
i Półproduktów

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych