



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45790

Kl. 12 o, 2/01

Grodziskie Zakłady Farmaceutyczne *)

Grodzisk Mazowiecki, Polska

Sposób wytwarzania 2,2'-dwyhydroksy-3,5,6,3',5',6'- sześciochlorodwufenyloketanu

Patent trwa od dnia 5 listopada 1960 r.

Znane metody otrzymywania 2, 2'-dwyhydroksy-3, 5, 6, 3', 5', 6'-sześciochlorodwufenyloketanu, zwanego heksachlorofenem, z czterochlorobenzenu wykazują szereg wad, gdyż nie zapewniają produktu o żądanym stopniu czystości i są uciążliwe w wykonaniu technologicznym. Jedną z metod wymaga uprzedniego oczyszczenia niskoprocentowego, surowego czterochlorobenzenu do produktu czystego, około 99-procentowego, przy tym stosuje oddestylowanie glikolu z silnie alkalicznego środowiska, co powoduje niekiedy wybuchy wskutek egzotermicznych reakcji ubocznych. Otrzymany trójklorofenol poddaje się kondensacji w warunkach wymagających bardzo skomplikowanego urządzenia lub nawet w technice niewykonalnych, gdyż kondensacja poprzedzana jest tworzeniem mieszaniny kwasu siarkowego z formaliną, która ta mieszanina już po upływie kilku godzin nie nadaje się do kondensacji, zaś masa powstała przy zastosowaniu

optymalnych warunków kondensacji nie daje się mieszać wskutek zbyt mocnego zestalenia się. Około 25% użytego w tej metodzie glikolu jest wylewane do kanału z powodu zbyt dużego rozcieńczenia wodą. Inną metodą wymaga przy kondensacji trójklorofenolu z aldehydem mrówkowym niskiej temperatury reakcji poniżej +5°C i użycia lodu do rozcieńczania masy po reakcyjnej.

W sposobie według wynalazku 2, 2'-dwyhydroksy-3, 5, 6, 3', 5', 6'-sześciochlorodwufenyloketan wytwarza się z czterochlorobenzenu surowego, o niskiej zawartości czystego czterochlorobenzenu (około 80%-owego).

Celem wyosobnienia trójklorofenolu wystarczy rozcieńczyć masę po reakcyjnej wodą w niewielkiej ilości, bez oddestylowywania glikolu, zaś glikol regeneruje się przez podgrzanie w urządzeniu ogrzewanym parą wodną.

Trójklorofenol surowy oczyszcza się za pomocą węgla aktywnego i poddaje krystalizacji z wody lub destyluje i następnie krystalizuje z wody, po czym odpowiednio osuszony poddaje

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Leon Krupiński.

się kondensacji z aldehydem mrówkowym w ten sposób, że do mieszaniny tróchlorofenolu, rozpuszczalnika organicznego i kwasu siarkowego dodaje stopniowo roztwór wodny formaliny lub inną substancję, zdolną do odszczepienia aldehydu mrówkowego w warunkach reakcji, w temperaturze pokojowej lub nieco podwyższonej.

Otrzymany z reakcji surowy 2, 2'-dihydroksy-3, 5, 6, 3', 5', 6'-sześciochlorodwufenylometan poddaje się oczyszczeniu bądź przez krystalizację z rozpuszczalnika organicznego np. metanolu, bądź przez przeprowadzenie go w sól dwusodową i krystalizację soli jedno- lub dwusodowej przy wartości pH około 11–12. Następnie wykwasza się oddzieloną sól sodową i otrzymuje produkt odpowiadający wymogom Farmakopei US XV.

Przykład: 4 części wagowe glikolu załadowuje się do urządzenia razem z 0,6 częściami wagowymi technicznego ługu sodowego i w temperaturze około 180°C dodaje porcjami 15 części wagowych czterochlorobenzenu surowego. Następnie ogrzewa kilka godzin do temperatury 180–90°C, chłodzi, wykwasza wytworzony tróchlorofenol, rozcieńcza około 4 częściami wagowymi wody i po odstaniu oddziela warstwę surowego tróchlorofenolu, który poddaje się destylacji. Przedestylowany produkt rozcieńcza się 1 częścią wody, odciska kryształy nad próżnią i suszy. Otrzymany tróchlorofenol rozpuszcza się w mieszaninie około 2,5 części wagowych kwasu siarkowego z 3,5 częściami wagowymi czterochloru węgla i dodaje stopniowo 0,26 części wagowych formaliny technicznej, w temperaturze od pokojowej do około 66°C, ogrzewa około 1 godzinę przy temperaturze 60–70°, doda-

je stopniowo około 4,5 części wagowych wody i oddestylowuje czterochlorek węgla. Zawartość reaktora oziębia się, odsąca surowy 2, 2'-dihydroksy-3, 5, 6, 3', 5', 6'-sześciochlorodwufenylometan, rozpuszcza w 2 — 3%-owym roztworze wodnym ługu sodowego, sączy od zanieczyszczeń, po czym strąca sól sodową przy wartości pH około 11–12. Otrzymaną sól sodową odsąca się, zawiesza w odpowiedniej ilości wody i wykwasza wolny 2, 2'-dihydroksy-3, 5, 6, 3', 5', 6'-sześciochlorodwufenylometan, który następnie sączy się, odmywa i suszy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 2, 2'-dihydroksy-3, 5, 6, 3', 5', 6'-sześciochlorodwufenylometanu, znamienny tym, że surowy, niskoprocentowy czterochlorobenzol poddaje się zmydleniu, wyosobnia tróchlorofenol przez rozcieńczenie wodą masy poreakcyjnej i oczyszcza go za pomocą węgla aktywnego lub przez destylację, po czym krystalizuje go z wody, a następnie kondensuje przez dodawanie do mieszaniny reakcyjnej formaliny lub innych substancji zdolnych do odszczepiania aldehydu mrówkowego w warunkach reakcji przy czym otrzymany surowy 2, 2'-dihydroksy-3, 5, 6, 3', 5', 6'-sześciochlorodwufenylometan oczyszcza się przez krystalizację z rozpuszczalników organicznych lub poprzez sole jedno- i dwusodową przy wartości pH około 11–12 z następnym wykwaszeniem wytworzonego produktu.

Grodziskie Zakłady
Farmaceutyczne