



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 42523

Kl. 12 q, 18/01

Zakłady Chemiczne Oświęcim*)

Oświęcim, Polska

Sposób otrzymywania pięciochlorotiofenolu i jego soli

Patent trwa od dnia 25 stycznia 1958 r.

Pięciochlorotiofenol lub jego pochodne stosuje się w przemyśle gumowym zarówno w procesie uplastyczniania jak i regeneracji kauczuku naturalnego i syntetycznego. Najczęściej stosowana jest sól cynkowa pięciochlorotiofenolu.

Opisany w patencie Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2695898 sposób otrzymywania pięciochlorotiofenolu polega na ogrzewaniu pochodnej benzenu zawierającej 5 atomów chloru z dwusiarczками metali alkalicznych w rozpuszczalniku organicznym zawierającym grupę wodorotlenową.

Według tego samego patentu otrzymywanie soli cynkowej pięciochlorotiofenolu polega na przeprowadzeniu pięciochlorotiofenolu w pięciochlorotiofenolan sodowy działaniem wodnego

roztworu wodorotlenku sodowego i następnie działanie amoniakalnym roztworem chlorku cynkowego.

Według patentu Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2 737 529 pięciochlorotiofenol otrzymuje się z sześciochlorocykloheksanu działaniem wodorosiarczku sodowego.

Sposób według wynalazku, polega na działaniu na sześciochlorobenzen siarczkiem alkalicznym i siarką w środowisku alkoholowym w temperaturze powyżej 90°C.

Z mieszaniny poreakcyjnej oddziela się stały osad, oddestylowuje alkohol, który zawraca się do obiegu. Pozostałość jest technicznym pięciochlorotiofenolanem, z którego otrzymuje się w znany sposób pięciochlorotiofenol lub jego pochodne np. sól cynkową.

W celu otrzymania pięciochlorotiofenolu rozpuszcza się w wodzie pięciochlorotiofenolan i wydziela z roztworu pięciochlorotiofenol przez zakwaszenie. Pięciochlorotiofenol odsącza się, przemycza wodą i suszy.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Jerzy Jaworski, mgr inż. Franciszek Gajewski i inż. Paweł Szafrowski.

W celu otrzymania soli cynkowej pięciochlorotiofenolu rozpuszczony w wodzie pięciochlorotiofenolan zadaje się amoniakalnym roztworem chlorku cynkowego. Wydzieloną sól cynkową pięciochlorotiofenolu odsącza się, przemywa wodą i suszy.

Przykład I. 600 ml alkoholu metylowego, 35 g siarczku sodowego, 15 g siarki i 120 g sześciochlorobenzenu ogrzewa się w autoklawie przez 1 godzinę w temperaturze 110°C. Po oziębieniu oddziela się nieprzereagowany sześciochlorobenzen, oddestylowuje metanol i rozpuszcza pozostałość w wodzie. Wodny roztwór pięciochlorotiofenolanu zakwasza się roztworem kwasu solnego i otrzymuje się pięciochlorotiofenol w ilości 94 g, co stanowi około 96% w stosunku do przereagowanego sześciochlorobenzenu.

Przykład II. Otrzymany jak w przykładzie I wodny roztwór pięciochlorotiofenolanu sodowego zadaje się amoniakalnym roztworem chlorku cynkowego. Wydzieloną sól cynkową pięciochlorotiofenolu odsącza się, przemywa wodą i suszy. Otrzymuje się sól cynkową pięciochlorotiofenolu w ilości około 103 g.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania pięciochlorotiofenolu i jego soli, znamienny tym, że na sześciochlorobenzen działa się siarczkiem alkalicznym i siarką w środowisku alkoholowym, przy czym uzyskuje się pięciochlorotiofenolan, który w znany sposób przeprowadza się w pięciochlorotiofenol, lub jego sól.

Zakłady Chemiczne Oświęcim