



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

256776

(11) B₁

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 13 08 86
(21) PV 5963-86.J

(51) Int. Cl.⁴

G 07 C 25/18

(40) Zveřejněno 17 09 87
(45) Vydáno 31.10.88

(75)
Autor vynálezu

HAVEL ZDENĚK ing. CSc., PRAHA,
VAŇURA JAN, KRALUPY NAD VLTAVOU,
KRYŠTUPEK JAN ing., MORAVSKÁ TŘEBOVÁ,
PECKA KAREL doc. ing. CSc.,
MOSTECKÝ JIŘÍ akademik, PRAHA

(54)

Způsob výroby tetrachlor-/2,2/paracyklofanu

Řešení se týká výroby tetrachlor-/2,2/paracyklofanu, která spočívá v tepelném rozkladu při 30 až 140 °C, s výhodou při 30 až 90 °C vodného roztoku /dichlor-4-methylbenzyl/-trimethylamoniumhydroxidu připraveného in situ z /dichlor-4-methyl-benzyl/-trimethylamonium bromidu v prostředí roztoku silné báze, dimethylsulfoxidu a uhlovodíkového rozpouštědla. Tetrachlor-/2,2/paracyklofan je výchozí látkou pro přípravu polymeru dichlor-poly-p-xylylenu.

Vynález se týká způsobu výroby tetrachlor-/2,2/paracyklofanu. Tetrachlor-/2,2/paracyklofan je známá sloučenina vzorce IV, sloužící k přípravě polymeru polydichlor-p-xylylenu, který vykazuje vynikající dielektrické vlastnosti, chemickou, mechanickou a termální stabilitu, velmi nízkou propustnost pro agresivní plyny jako H_2S , SO_2 , Cl_2 a vlhkost. Tyto vlastnosti jsou využívány v mikroelektronice, optice a medicíně pro dlouhodobou ochranu součástí proti korozi a znečištění jejich povrchů.

Jsou známy postupy přípravy tetrachlor-/2,2/paracyklofanu založené na chloraci /2,2/paracyklofanu /U.S.Pat. č. 3221068, 3342754/.

Nevýhodou uvedených postupů přípravy tetrachlor-/2,2/paracyklofanu je skutečnost, že vyžadují jako výchozí sloučeninu /2,2/paracyklofan, sloučeninu, která je obtížně dostupná a cenově nákladná. Další nevýhodou popsanych způsobů přípravy tetrachlor-/2,2/paracyklofanu je fakt, že reakční produkt vznikající chlorací /2,2/paracyklofanu obsahuje mimo tetrachlor-/2,2/paracyklofan nezreagovanou výchozí látku, monochlorderivát, dichlorderivát, trichlorderivát, pentachlorderivát a tetrachlorderivát s třemi atomy chloru vázanými na jednom aromatickém jádře a jedním atomem chloru vázaným na druhém aromatickém jádře. Vzhledem k dalšímu použití, výrobě přesně definovaného polymeru, jsou uvedené příměsi nežádoucí a musí se odstraňovat například rektifikací za sníženého tlaku.

Uvedené nedostatky přípravy tetrachlor-/2,2/paracyklofanu řeší způsob podle vynálezu, který spočívá v tom, že se na kvarterní amoniovou sůl obecného vzorce II, kde R je stejný nebo rozdílný alkyl s 1 až 12 atomy uhlíku a X je atom chloru, bro-

mu nebo jodu působí silnou zásadou v systému tvořeném inertním uhlovodíkovým rozpouštědlem a dimethylsulfoxidem a vzniklá kvarterní amoniová báze obecného vzorce I, kde R má vpředu uvedený význam, se pak bez izolace v tomto prostředí rozkládá za zvýšené teploty 30 až 140 °C, s výhodou při 30 až 90 °C. Inertním uhlovodíkovým rozpouštědlem mohou být podle vynálezu například aromatické uhlovodíky benzen, toluen a xylen. Alkylový radikál R je výhodně methyl nebo ethyl. Silnou zásadou je s výhodou vodný roztok hydroxidu sodného nebo draselného.

Kvarterní amoniovou sůl obecného vzorce II lze připravit o sobě známým způsobem z příslušného halogenderivátu III, kde X má vpředu uvedený význam, reakcí s trimethylaminem, čímž vznikne kvarterní amoniová sůl II, která se výše uvedeným způsobem převede na amoniovou bázi I.

postupu

Výhodou podle vynálezu je, že se kvarterní amoniová báze neizoluje, že odpadá čištění meziproductů a že se výtěžky pohybují mezi 70 až 75 % hmot. Zásadní předností vynálezu je skutečnost, že vznikající tetrachlor-/2,2/paracyklofan má přesně definovanou strukturu, charakterizovanou přítomností dvou atomů chloru na každém benzenovém jádře, tudíž i polymer připravený z tetrachlor-/2,2/paracyklofanu má přesně definovanou strukturu i vlastnosti, což doposud žádný známý postup nedovoľoval.

Postup podle vynálezu je nejlépe osvětlen v následujícím příkladu.

Příklad

K směsi obsahující 4 l toluenu, roztok 120 g NaOH v 180 ml vody a 750 ml dimethylsulfoxidu se za míchání přidá suspenze 312,0 g /dichlor-4-methylbenzyl/-trimethylamonium bromidu v 300 ml vody v průběhu 1 hodiny. Po ukončení přidavku se teplota zvýší na 40 °C a směs se míchá po dobu 2 hod. Potom se teplota v průběhu 4 hod. zvýší, za stálého míchání, na 60 °C a po 4 hodinách se teplota zvýší na konečných 90 °C. Při této teplotě se směs míchá 8 hodin.

Po ochlazení reakční směsi se oddělí fáze, organická fáze se promyje vodou, přefiltruje a odpaří do sucha.

Výtěžek 129,0 g tetrachlor-/2,2/paracyklofanu, to je 75 % hmot.

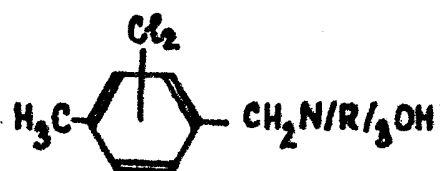
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby tetrachlor-/2,2/paracyklofanu, vyznačený tím, že se na kvarterní amoniovou sůl obecného vzorce II, kde R je stejný nebo rozdílný alkyl s 1 až 12 atomy uhlíku a X je atom chloru, bromu nebo jodu, působí v reakčním prostředí tvořeném směsí inertního uhlovodíkového rozpouštědla a dimethylsulfoxidu silnou zásadou a vzniklá kvarterní amoniová báze obecného vzorce I, kde R má vpředu uvedený význam, se pak bez izolace v tomto prostředí rozkládá za zvýšené teploty 30 až 140 °C, s výhodou při 30 až 90 °C.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že silnou zásadou je vodný roztok hydroxiidu sodného nebo draselného.
3. Způsob podle bodu 1 až 2, vyznačený tím, že inertním uhlovodíkovým rozpouštědlem jsou aromatické uhlovodíky, například benzen, toluen nebo xylén.

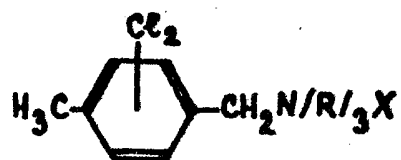
1 výkres

256776

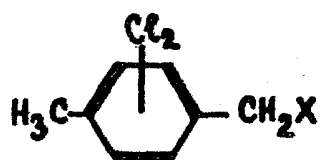
I



II



III



IV

