



A01m 9/02

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37149

Kl. ~~451, 9/01~~

45b 9/02

Zakłady Chemiczne „Azot”
Przedsiębiorstwo Państwowe Wyodrębnione*)
Jaworzno, Polska

Sposób wzbogacania technicznego dwuchloro - dwufenylo - trójchloro-etanu w izomer 2,2-dwu-(p-chlorofenylo)-1,1,1-trójchloroetan

Udzielono patentu z mocą od dnia 4 kwietnia 1958 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wzbogacania technicznego dwuchloro-dwufenylo-trójchloroetanu w izomer 2,2-dwu-(p-chlorofenylo)-1,1,1-trójchloroetan.

Dotychczas stosowane sposoby wzbogacania produktu technicznego w aktywny izomer 2,2-dwu-(p-chlorofenylo)-1,1,1-trójchloroetan polegały na krystalizacji produktu technicznego z rozpuszczalników organicznych.

Sposób według wynalazku polega na usuwaniu zanieczyszczeń występujących w technicznym produkcie na drodze uproszczonej chromatografii adsorpcyjnej. Usunięcie zanieczyszczeń z produktu technicznego możliwe jest dlatego, że występują one w fazie ciekłej. Techniczny produkt topiony, a następnie ochłodzony jest pozbawiany cieplem stałym, w rzeczywistości jest mieszaniną fazy krystalicznej oraz fazy ciekłej. Techniczny produkt posiada strukturę kapilarną, gdzie ścianki poszczególnych kapilar są zbudowane z krystalicznego izomeru 2,2-dwu-

(p-chlorofenylo)-1,1,1-trójchloroetanu, a wypełnienie kapilar stanowią pozostałe ciekłe zanieczyszczenia.

Sposób według wynalazku polega na traktowaniu technicznego produktu dwuchloro-dwufenylo-trójchloroetanu w postaci kawałów o różnych wymiarach, adsorbentem w postaci stałych nieorganicznych substancji i odpowiednio wysokiej granulacji, np. talkiem, bentonitem, ziemią krzemionkową, kredą szlamowaną, kaolinem dmuchanym, pyrofilitem, mączką szyfrową, a następnie po nasiąknięciu go cieklami zanieczyszczeniami, usunięciu z produktu. Zawartość izomeru 2,2-dwu-(p-chlorofenylo)-1,1,1-trójchloroetanu w produkcie wzbogaconym w ten sposób wynosi około 96—98%. Traktowanie adsorbentem można przeprowadzić w temperaturze otoczenia lub podwyższonej, np. 50—60°C.

Dotychczas do wyrobu preparatów zawierających dwuchloro-dwufenylo-trójchloroetan stosowano produkt techniczny bez pozbawienia go zanieczyszczeń ciekłych, względnie produkt oczyszczany przez krystalizację z rozpuszczalników

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Mieczysław Lichnowski i Jacek Szymaszkiewicz.

organicznych, który następnie poddawano mieleniu z nośnikiem na gotowy preparat.

W sposobie według wynalazku adsorbent może być użyty również jako nośnik preparatu. W tym celu można nie usuwać nasiąkniętego adsorbenta z produktu, lecz całość po uzupełnieniu nośnikiem poddać dalszej przeróbce na preparat pylisty.

W przypadku wytwarzania wysoko skoncentrowanych preparatów pylistych z nieprzekryształizowanego technicznego dwuchloro-dwufenylo-trójdichloroetanu usunięcie nasiąkniętego adsorbenta jest konieczne.

Sposób według wynalazku nadaje się szczególnie do wytwarzania wysokoskoncentrowanych preparatów owadobójczych, które mogą być stosowane zarówno w postaci pylistej, jak również w postaci zawiesin wodnych.

W niżej wymienionych przykładach, części oznaczają części wagowe.

Przykład I. 1 część technicznego dwuchloro-dwufenylo-trójdichloroetanu w postaci tafli lub kostki najkorzystniej o wymiarach $150 \times 500 \times 1000$ mm obsypuje się dokładnie ze wszystkich stron 1 częścią zmielonego talku o granulacji 4900—6300 oczek na 1 cm^2 i pozostawia na 72 godziny w temperaturze otoczenia po czym oczyszcza się go z talku nasiąkniętego ciekłymi zanieczyszczeniami. Otrzymany produkt, który wskutek takiej obróbki ma zmniejszoną masę o około 20—30% masy początkowej, jest produktem o barwie śnieżno białej, strukturze wybitnie krystalicznej zbitej, o zawartości 96—98% izomeru 2,2-dwu-(p-chlorofenylo)-1,1,1-trójdichloroetanu. Wzbogacony produkt pozbawiony jest zanieczyszczających go lepkich substancji, posiada po zmieleniu niezwykle sypkość i nadaje się do otrzymywania wysoko skoncentrowanych preparatów owadobójczych.

Przykład II. Postępuje się podobnie jak w przykładzie I z tą różnicą, że zamiast talku stosuje się ziemię krzemionkową, kredę szlamowaną, kaolin dmuchany, mączkę szynową, pyrofillit lub inne podobne substancje cechujące się wysoką granulacją.

Przykład III. Postępuje się podobnie jak w przykładzie I lub II z tą różnicą, że technicznego produktu nie oczyszcza się z pokrywającego go adsorbentu, lecz całość umieszcza się w gniotowniku mechanicznym, a po dobrym wymieszaniu pozostawia do dalszej przeróbki na preparat pylisty po odpowiednim rozcieńczeniu nośnikiem.

Przykład IV. Postępuje się podobnie jak w przykładzie III z tą różnicą, że zamiast zwartych tafli technicznego produktu, zasypuje się nośnikiem mniejsze kawałki tegoż produktu.

Przykład V. Postępuje się podobnie jak w przykładach I — IV z tą różnicą, że operacje przeprowadza się w temp. 50—60°C, przy czym proces wzbogacania trwa tylko 36 godzin.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wzbogacania technicznego dwuchloro-dwufenylo-trójdichloroetanu w izomer 2,2-dwu-(p-chlorofenylo)-1,1,1-trójdichloroetan, znamienny tym, że stopiony techniczny dwuchloro-dwufenylo-trójdichloroetan w postaci zwartej tafli lub drobnych kawałków zasypuje się na przeciąg kilkadziesiąt godzin stałym adsorbentem cechującym się wysoką granulacją powyżej 4900 oczek/ cm^2 , po czym nasiąknięty ciekłymi zanieczyszczeniami adsorbent usuwa się.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako adsorbenty stosuje się talk, kaolin dmuchany, kredę szlamowaną, bentonit, ziemię krzemionkową, pyrofillit, mączkę szynową o wysokiej granulacji.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że proces wzbogacania przeprowadza się w temperaturze otoczenia lub w temperaturze podwyższonej.
4. Odmiana sposobu według zastrz. 1, 2, 3, znamienna tym, że adsorbentu nie usuwa się, lecz całość po uzupełnieniu nośnikiem poddaje dalszej przeróbce na preparat pylisty.

Zakłady Chemiczne „Azot”
Przedsiębiorstwo Państwowe Wyodrębnione