

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

76 400

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 20.04.1971 (P. 147664)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 10.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.04.1975

Kl. 12o, 12

MKP C07c 53/20



Twórcy wynalazku: Jerzy Kroh, Antoni Kowalski, Jan Perkowski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Łódzka, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania chlorku tróchloroacetylu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania chlorku tróchloroacetylu.

Znane sposoby wytwarzania kwasu tróchlorooctowego polegają na utlenianiu chloralu lub jego wodzianu dymiącym kwasem azotowym, albo na wyczerpującym chlorowaniu kwasu octowego. Z tak otrzymanego kwasu tróchlorooctowego wytwarza się chlorek tróchloroacetylu, poprzez działanie tróchloru fosforu względnie chloru tionylu. Wytwarzanie kwasu tróchlorooctowego znanymi sposobami jest niedogodne technicznie; utlenianie chloralu kwasem azotowym wymaga budowy kosztownej instalacji do absorpcji tlenków azotu, natomiast chlorowanie kwasu octowego daje produkt zanieczyszczony trudnym do oddzielenia kwasem dwuchlorooctowym, a ponadto chlorowanie przebiega z małą szybkością i dużymi stratami chloru, zwłaszcza w końcowej fazie procesu. Niezależnie od powyższych trudności chlorek tróchloroacetylu jest dostępny jedynie poprzez kwas tróchlorooctowy przy użyciu nieorganicznego chlorku kwasowego, kłopotliwego w użyciu i wymagającego środowiska bezwodnego.

Znany jest także fotochemiczny sposób wytwarzania chlorku tróchloroacetylu, kwasu tróchlorooctowego lub obu tych produktów, polegający na utlenianiu czterochloroetyleny tlenem lub powietrzem w obecności promieniowania nadfioletowego lub promieniowania γ w temperaturze 118–120°C. Powstały na drodze przegrupowania się epitlenku chlorek tróchloroacetylu zostaje wyodrębniony ze środowiska reakcyjnego po dodaniu stechiometrycznej ilości wody. W sposobie tym zachodzi konieczność stosowania generatorów promieniowania UV, charakteryzujących się małą trwałością mechaniczną oraz pokrywających się podczas procesu smolistymi substancjami, które obniżają ilość promieniowania przenikającego do środowiska reakcji.

Inny znany sposób radiacyjny polega na utlenianiu czterochloroetyleny w obecności wody w ilościach nieco niższych niż stechiometryczne i otrzymaniu w wyniku reakcji kwasu tróchlorooctowego. Sposób ten, odznaczający się wyższą przydatnością od sposobów wyżej opisanych, charakteryzuje się zbyt niską wydajnością radiacyjną procesu i związaną z nią kosztem promieniowania.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu zmniejszającego niedogodności sposobów znanych.

Zadanie techniczne wytyczone dla osiągnięcia tego celu zostało rozwiązane zgodnie z wynalazkiem w ten sposób, że reakcję utleniania czterochloroetyleny tlenem lub powietrzem prowadzi się w polu promieniowania

jonizującego w temperaturze 120–250°C, korzystnie w temperaturze 170–190°C. Prowadzenie procesu w powyższej temperaturze zapewnia kilkakrotny wzrost szybkości reakcji i związany z nią wzrost wydajności radiacyjnej, przy czym niezbędna aktywność źródła promieniowania obniża się co najmniej czterokrotnie.

Przykład. 50 kg (30,8 litra) czterochloroetyleny umieszczono w reaktorze wyposażonym w źródło kobaltowe o aktywności 5000 Ci włączając równocześnie ogrzewanie reaktora i chłodzenie chłodnicy zwrotnej, a następnie otworzono dopływ tlenu. Po osiągnięciu w reaktorze temperatury 180°C ustalono przepływ tlenu na poziomie 5 m³/godzinę i schłodzono gazy odlotowe w wykraplaczu. Reakcję zakończono po uzyskaniu stopnia przemiany 55%, co nastąpiło przy zużyciu 1,95 m³ tlenu. Następnie wydzielono z mieszaniny reakcyjnej chlorek tróchloroacetylenu w ilości 75% w stosunku do produktu przereagowanego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania chlorku tróchloroacetylenu drogą reakcji utlenienia czterochloroetyleny tlenem lub powietrzem w polu promieniowania jonizującego, znamienny tym, że reakcję prowadzi się w temperaturze 120–250°C, najkorzystniej w temperaturze 170–190°C.