



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

260173
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 F 9/28

(22) Prihlášené 10 10 85
(21) (PV 7266-85)

(40) Zverejnené 18 05 88

(45) Vydané 15 04 89

(75)

Autor vynálezu

ČOLLÁK MIKULÁŠ ing., HOEKO MICHAL ing., SÁS IVAN ing.,
MAGURA MIROSLAV ing., MICHALOVCE, HOROCHONIČ JOZEF ing.,
KURAJDA PAVOL ing., STRÁŽSKE, ŠKUBA ANDREJ ing., KAMIENKA

(54) Spôsob výroby zmesných triarylfosfátov

1

2

Rieši sa spôsob výroby zmesných triaryl-
fosfátov, ktorý spočíva v tom, že zmes alkyl-
fenolov tvorená 2- až 4-izopropylfenolú, 2,4-
a 2,6-diizopropylfenolú a 2,4,6-triizopropyl-
fenolú a fenolú za prítomnosti katalyzátora
kovového horčíka, alebo jeho soli je ester-
ifikovaná s oxichloridom fosforečným. Tak
sa dosahuje maximálna možná kondenzácia
oxichloridu fosforečného a jeho minimálny
úbytok z reakčného systému rovnako ako
zníženie korózných problémov vyplývajúcich
z vlastností oxichloridu fosforečného.

Predmetom vynálezu je spôsob výroby zmesných triarylfosfátov, ktoré vznikajú kondenzáciou oxichloridu fosforečného so zmesou alkylfenolov a fenolu za použitia katalyzátora, kovového horčička alebo jeho zlúčenín. Významom zmesný alkylfenol sa rozumie:

2- a 4-izopropylfenol,
2,4- a 2,6-diizopropylfenol a
2,4,6-triizopropylfenol.

Získaný zmesný triarylfosfát sa ďalej spracúva destiláciou a rektifikáciou ako je uvedené v čs. autorskom osvedčení číslo 220 995, čím sa získa produkt o požadovaných fyzikálno-chemických vlastnostiach vhodných pre jeho použitie ako retardéra horenia a plastifikátora PVC.

Postupy výroby triarylfosfátov podľa údajov uvedených v US. patentoch č. 1 858 659, 1 840 325, 2 890 235, 2 851 476 a 2 931 823 ako aj v čs. patente č. 186 971 predstavujú základné technológie, náročné na realizáciu vzhľadom k agresivite médií, pričom výťažok nie je dostatočne ekonomický. Ani jeden z patentov neuvádza technologický postup, ktorý by zabezpečoval plynulý chod reakcie, pričom straty v technologickom procese sú značné. Nedostatky doterajšieho stavu techniky pomáha odstrániť navrhované riešenie.

Podstatou technológie výroby zmesných triarylfosfátov podľa vynálezu je, že do zmesi alkylfenolov pripravených alkyláciou fenolu propénom za prítomnosti katalyzátora, vyhriatej na 130 až 160 °C sa dávkuje oxichlorid fosforečný a po vydávkovaní jeho 30 až 60 % hmotnostných sa súbežne s ním dávkuje fenol. Katalyzátorom je kovový horčičk alebo jeho soli. Alkylfenoly sú pripravené alkyláciou fenolu propénom za vzniku izomérov propylfenolu, 2- a 4-izopropylfenolu, 2,4- a 2,6-diizopropylfenolu a 2,4,6-triizopropylfenolu.

Zmes uvedených komponent je dávkováná do miešaného kondenzačného reaktora za ďalej uvedených technologických podmienok. Výhodne sa pritom postupuje tak, že zmes alkylfenolov a fenolu (obsah fenolu 10 až 50 % hmotnostných) a katalyzátora sa za miešania vyhreje na teplotu 130 až 160 °C. Počas reakcie je udržiavaný mierny

podtlak (99 až 99,5 kPa). Do vyhriatej reakčnej zmesi za miešania sa pod hladinu privádza oxichlorid fosforečný až do vydávkovania 30 až 60 % hmotnostných. Potom sa súbežne s dávkovaním oxichloridu fosforečného dávkuje fenol s obsahom 1 až 20 percent hmotnostných alkylfenolov (v molárnom pomere POCl_3 : fenolu = 1 : 1). Po vydávkovaní oxichloridu fosforečného sa za uvedených podmienok ukončí dávkovanie požadovaného množstva fenolu. Po ukončení dávkovania fenolu sa obsah reaktora vyhreje na 160 až 180 °C a chlór vodík rozpustený v reakčnej zmesi sa vyfúka suchým dusíkom.

Uvedeným spôsobom sa získa zmesný triarylfosfát, v ktorom je 3 až 20 % hmotnostných prebytok alkylfenolov a číslo kyslosti zmesi je do 10 mg KOH/g.

Odplyny chlór vodíka z reaktora sú dvojstupňovo ochladené a skondenzované produkty (POCl_3 a alkylfenoly) sa vracajú naspäť do reakčnej zmesi.

Hlavné výhody navrhovaného riešenia sú v tom, že reakcia je robená nad teplotou varu oxichloridu fosforečného a uvedené usporiadanie odplynového systému zabezpečí návrat oxichloridu fosforečného do reakčnej zmesi. Dávkovanie oxichloridu fosforečného pod hladinu zaručuje dokonalé prereagovanie fenolu s POCl_3 , umožňuje zrýchliť reakciu a dáva záruku rýchlejšiemu zreagovaniu prvého chlóru s POCl_3 s alkylfenolmi a tým zabráni jeho úniku z reakčného systému.

Príklad

Do kondenzačného reaktora sa predloží 2 300 kg alkylfenolov o obsahu fenolu do 20 % hmotnostných a vlhkosti do 0,1 % hmotnostných. Vyhreje sa na 150 °C, pridá sa katalyzátor MgCl_2 a začne sa pridávať POCl_3 v množstve 1 000 kg. Po vydávkovaní tohto množstva sa súčasne dávkuje ďalších 1 110 kg POCl_3 a fenol v množstve 2 600 kg, pričom sa teplota zvýši na 160 až 165 °C. Po vydávkovaní oboch komponent sa zmes vyhreje na 170 až 180 °C a vyfúka sa dusíkom na odstránenie voľného chlóru. Získaný trifenylofosfát obsahuje 6 % hmotnostných fenolov, obsah Cl je pod 0,1 % hmotnostných a číslo kyslosti je 5,6 mg KOH/g.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby zmesných triarylfosfátov z alkylfenolov tvorených zmesou 2- a 4-izopropylfenolu, 2,4- a 2,6-diizopropylfenolu a 2,4,6-triizopropylfenolu za katalýzy kovového horčíka alebo jeho soli, vyznačujúci sa tým, že do zmesi alkylfenolov pripravených alkyláciou fenolu propénom za prítomnosti katalyzátora vyhriatej na 130 až 160 °C sa dávkuje oxichlorid fosforečný a po vydávkovaní jeho 30 až 60 % hmotnostných sa súbežne s ním dávkuje fenol s obsahom al-

kylfenolov do 20 % hmotnostných, pričom molárny pomer oxichloridu fosforečného a fenolu tvorí 1:1, po jeho vydávkovaní sa zmes vyhreje na 160 až 180 °C a dusíkom sa vyfúka v reakčnej zmesi rozpustený chlór- rovodík, pričom počas vlastnej reakcie alkylfenolov s oxichloridom fosforečným je vznikajúci odplyn chlór- rovodíka dvojstupňovo chladený a kvapalný kondenzát je vracaný naspäť do reakcie.