



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

206485
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 20 12 79
(21) (PV 9069-79)

(40) Zveřejněno 29 08 80

(45) Vydáno 15 11 83

(51) Int. Cl.³
C 07 C 63/10
(C 07 C 63/10,
63/70)

(75)

Autor vynálezu

DVOŘÁK MOJMÍR ing., HŮLA JAN ing., PARDUBICE a PERNÝ VÍ-
TĚZSLAV, OPATOVICE NAD LABEM

(54) Způsob přípravy p-chlorbenzoylchloridu

Vynález se týká způsobu přípravy p-chlorbenzoylchloridu. p-Chlorbenzoylchlorid je barvářským polotovarem, který kromě jiného uplatnění může být také výchozí surovinou při přípravě kyseliny p-chlorbenzoové.

Jeho příprava je jen málo popsána. Známe starší postupy používající chloraci benzoylchloridu do jádra za katalytického působení Fe^{III} iontů, nebo vycházejí z toluensulfonchloridu. [Beilstein: Organische Chemie, 2. zkr. vyd., díl 9, str. 227 (1949)].

Nyní bylo zjištěno, že lze připravit vysoce hodnotný produkt, vhodný pro přípravu např. kyseliny p-chlorbenzoové způsobem podle vynálezu.

Způsob přípravy p-chlorbenzoylchloridu spočívá podle vynálezu v tom, že se provede parciální hydrolýza p-chlorbenzotrichloridu vodou a to tak, že se do p-chlorbenzotrichloridu přidává přesně odměřené ekvimolární množství vody při teplotě 60 až 120 °C a hydrolýza se dokončí za míchání při teplotě 180 až 220 °C. Je výhodné ukončit reakci v časovém rozmezí 160 až 240 minut. Jako katalyzátor byl použit chlorid železitý.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

Příklad provedení

Do reakční baňky opatřené míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem, dávkovacím zařízením pro nástřik vody a přívodem dusíku, a umístěné v topné lázni silikonového oleje, bylo předloženo 230 g (1,0 mol) p-chlorbenzotrichloridu a 0,25 g (0,1 %) FeCl_3 . Obsah v baňce byl zahřát na 90 až 100 °C a během 35 min. bylo plynule dávkovačem nadávkováno přesné množství 18 g (1,0 mol) vody. Reakční směs byla pak dalších 180 min. míchána, přičemž teplota směsi byla plynule zvýšena na 200 až 220 °C. Pak byl surový p-chlorbenzoylchlorid převeden do destilační baňky a frakčně destilován za sníženého tlaku 3,5 až 4,0 Pa. Konverze p-chlorbenzotrichloridu byla 94,8 % th., destilační zbytek činil 2,9 % z hmotnosti surového p-chlorbenzoylchloridu. Průběh reakce byl sledován podle vývoje HCl po jeho absorbování ve vodě konduktometricky.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy p-chlorbenzoylchloridu, vyznačený tím, že se p-chlorbenzotrichlorid parciálně hydrolýzuje vodou, přičemž se do reakce za katalytického působení chloridu železitého v množství 0,06 až 0,2 % hm. na

nasazený p-chlorbenzotrichlorid přivádí odpovídající množství vody při teplotě 60 až 120 °C, s výhodou 90 až 100 °C a hydrolýza se dokončuje za míchání při teplotě 180 až 220 °C.