



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201949
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 41/16
(C 07 C 41/16,
43/20)

(22) Přihlášeno 02 04 79
(21) (PV 2202-79)

(40) Zveřejněno 31 03 80

(45) Vydáno 15 10 82

(75)
Autor vynálezu

MYŠIČKA ZDENĚK ing. a HANOUSEK VÍTĚZSLAV ing., ÚSTÍ NAD
LABEM

(54) Způsob přípravy 4-chlor-2-nitrodifenyletheru

Vynález se týká způsobu přípravy 4-chlor-2-nitrodifenyletheru, který lze použít jako polotovar při výrobě protimolových přípravků nebo neutrálně vytahujících kyselých barviv na vlnu.

Pro výrobu protimolových přípravků se dosud používalo polotovaru 4,4'-dichlor-2-nitrodifenyletheru, při jehož přípravě se vycházelo z bezvodého parachlorfenolu alkalického kovu. Technologie této přípravy je však nebezpečná neboť bezvodý p-chlorfenolát je silně výbušný. Toto nebezpečí lze snížit přítomností flegmatizátoru — např. chlorbenzenu, který však ztěžuje a komplikuje technologii. V další fázi výroby protimolových přípravků je tento polotovar obtížněji zpracovatelný, při nižších výtěžcích.

Jiný postup výroby protimolových přípravků vychází ze 4-chlor-2-nitrodifenyletheru, který se připravuje kondenzací bezvodého fenolátu sodného s 2,5-dichlornitrobenzenem za přítomnosti fenolu jako tavidla bezvodého fenolátu. Nevýhodou tohoto postupu je vysoký přebytek fenolu spojený s ekologickými a technologickými problémy při jeho likvidaci, nebezpečí výbuchu při práci s bezvodým fenolátem za přítomnosti nitrolátky a dlouhá doba kondenzace (4 až 5 dní) z důvodu nutnosti vést reakci při teplotě nižší než 105 °C.

Nyní bylo zjištěno, že uvedené nedostatky způsobu přípravy 4-chlor-2-nitrodifenyletheru kondenzací fenolátu alkalického kovu s 2,5-dichlornitrobenzenem lze odstranit postupem podle vynálezu, který spočívá v tom, že se kondenzace provádí za přítomnosti 1,4 až 3 molů vody na 1 mol fenolátu alkalického kovu před přidáním 2,5-dichlornitrobenzenu, načež se v průběhu přidávání 2,5-dichlornitrobenzenu nebo po jeho ukončení voda oddestiluje při teplotě 100 až 130 °C.

Přítomnost vody v celém průběhu kondenzace zaručuje bezpečnost provozního postupu, její celkové množství a způsob použití umožňují dosahovat výtěžnosti až 95 % teorie 4-chlor-2-nitrodifenyletheru na 2,5-dichlornitrobenzenu. V další fázi výroby protimolových přípravků umožňuje dosáhnout vyšších výtěžků při snadnějším zpracování polotovaru jako kapalné látky. Vylučuje přebytečný a ekologicky obtížný fenol při podstatném zkrácení doby kondenzace.

Příklady provedení

Příklad 1

Do baňky se zpětným chladičem bylo předloženo 157,2 g směsi obsahující 132 g fenolátu draselného a 25,2 g vody (1,4 molu). Obsah baňky byl zahřát na 105 °C a při této teplo-

tě se začalo dávkovat 192 g 2,5-dichlornitrobenzenu. Voda zkondenzovaná v chladiči se vracela zpět do reakční směsi. Po ukončeném dávkování 2,5-dichlornitrobenzenu byl nahrazen zpětný chladič sestupným a teplota reakční směsi se v průběhu 8 h zvýšila na 125 °C při současném oddestilování veškeré vody. Po jejím oddestilování byla kondenzace skončena. Reakční směs se při 90 °C promýla 450 ml vody. Bylo získáno 245 g vlhkého produktu s obsahem 237 g 4-chlor-2-nitrodifenyletheru, což bylo 95 % teorie.

Příklad 2

Do baňky opatřené sestupným chladičem bylo předloženo 142,1 g směsi obsahující 116 g fenolátu sodného a 26,1 g vody (1,6 molu). Obsah baňky byl zahřát na 105 °C. Při této teplotě se začalo dávkovat 192 g 2,5-dichlornitrobenzenu a ihned se započalo s oddestilováním vody. Po ukončeném dávkování

2,5-dichlornitrobenzenu se teplota zvýšila postupně na 130 °C. Po 8 h byla voda oddestilována a kondenzace ukončena. Reakční směs se dále zpracovala stejným způsobem jako v příkladu 1. Bylo získáno 232 g 4-chlor-2-nitrodifenyletheru, což bylo 93 % teorie.

Příklad 3

Do baňky opatřené sestupným chladičem bylo předloženo 156,6 g směsi obsahující 116 g fenolátu sodného a 40,6 g vody (2,5 molu). Obsah baňky byl zahřát na 105 °C. Při této teplotě se začalo dávkovat 192 g 2,5-dichlornitrobenzenu a ihned se započalo s oddestilováním vody. Po ukončeném dávkování 2,5-dichlornitrobenzenu se teplota zvýšila postupně na 110 °C. Po 10 h byla voda oddestilována a kondenzace ukončena. Reakční směs se dále zpracovala stejným způsobem jako v př. 1. Bylo získáno 225 g 4-chlor-2-nitrodifenyletheru, což bylo 90 % teorie.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 4-chlor-2-nitrodifenyletheru kondenzací fenolátu alkalického kovu s 2,5-dichlornitrobenzenem, vyznačený tím, že se kondenzace provádí za přítomnosti 1,4 až 3 molů vody na 1 mol fenolátu alkalického

kovu před přidávkem 2,5-dichlornitrobenzenu, načež se v průběhu přidávání 2,5-dichlornitrobenzenu nebo po jeho ukončení voda oddestiluje při teplotě 100 až 130 °C.