

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Frankfurt a. Main

J/F. 1327

Krefeld-Urdingen, den 3. Februar 1943

Akt. Z. 7.74281 II d/12r
Einger. 4.2.43

BAG Target
3414-30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Pentachlorphenyläthern.

Es wurde gefunden, dass man überraschenderweise Hexachlorbenzol mit Alkoholen mit mehr als 3 C-Atomen und Alkalihydroxyd ohne Überdruck und bei dementsprechend niedrigen Temperaturen mit ausgezeichneten Ausbeuten in die entsprechenden Pentachlorphenyläther überführen kann. Dies ist umso auffallender, als bekanntlich Hexachlorbenzol mit Methylalkohol und Natriumhydroxyd selbst bei Anwendung sehr langer Reaktionsdauer und hoher Reaktionstemperatur mit nur sehr schlechten Ausbeuten Pentachloranisol ergibt.

Als Alkohole können acyclische, wie z.B. n- und i-Butyl-, n- und i-Amyl-, n-Dodecylalkohol oder cyclische Alkohole, wie Cyclohexanol, Methylcyclohexanol usw. verwendet werden. Auch Gemische von Alkoholen, wie z.B. die bei der Kohlenoxydhydrierung oder bei der Einwirkung von Kohlenoxyd und Wasserstoff auf höhere Olefine anfallenden technischen Gemische, können verwendet werden. Die erhaltenen Pentachlorphenyläther sind mittelviskose Öle oder feste Körper mit niedrigem Schmelzpunkt. Sie können z.B. als Weichmachungsmittel für Kunststoffmassen verwendet werden.

Beispiel 1. 142 Gewichtsteile Hexachlorbenzol, 56 Gewichtsteile Kaliumhydroxyd und 500 Gewichtsteile n-Butylalkohol werden 6 Stunden unter Rückfluss bei 110-115° verrührt. Nach dem Abdestillieren des überschüssigen Alkohols wird der Rückstand mit Wasser verrührt und der Pentachlorphenyl-n-butyläther abgetrennt. Er ist flüssig und siedet bei 200-205°/10 mm. Ausbeute: 152 Gewichtsteile, d.i. 94 % d.Th. Aus der Lauge wird durch Ansäuern etwas Pentachlorphenol erhalten.

Beispiel 2. 285 Gewichtsteile Hexachlorbenzol, 880 Gewichtsteile i-Amylalkohol und 60 Gewichtsteile Natriumhydroxyd werden bei Normaldruck unter Rückflusskühlung 6 Stunden bei 125-130° verrührt. Der durch Aufarbeitung wie in Bsp.1 erhaltene Pentachlorphenyl-i-amyläther ist flüssig und siedet bei 207-210°/12 mm. Ausbeute: 314 Gewichtsteile, d.i. 93 % d. Th.

Beispiel 3. 142 Gewichtsteile Hexachlorbenzol, 700 Gewichtsteile n-Dodecylalkohol und 40 Gewichtsteile Natriumhydroxyd werden 4 Stunden bei 160° verrührt. Der Pentachlorphenyl-dodecyläther wird, wie in Bsp. I beschrieben, gewonnen. Er siedet bei $260-270^{\circ}/3\text{mm}$ und ist ein mittelviskoses Öl. Ausbeute: 242 Gewichtsteile, d.i. 95% d.Th.

Beispiel 4. 285 Gewichtsteile Hexachlorbenzol, 414 Gewichtsteile des bei der Kohlenoxydhydrierung anfallenden Alkoholgemisches (C_6-C_8) und 80 Gewichtsteile Natriumhydroxyd werden 4 Stunden bei $130-140^{\circ}$ verrührt. Der entstandene Pentachlorphenyl-alkyläther wird, wie in Bsp. 1, erhalten. Er ist ein mittelviskoses Öl mit einem Siedepunkt von $210-250^{\circ}/4\text{mm}$. Ausbeute: 348 Gewichtsteile.

Beispiel 5. 142 Gewichtsteile Hexachlorbenzol, 500 Gewichtsteile Cyclohexanol und 40 Gewichtsteile Natriumhydroxyd werden 4 Stunden bei $150-155^{\circ}$ verrührt. Der durch Aufarbeitung wie in Bsp. 1 erhaltene Pentachlorphenyl-cyclohexyläther ist ein festes bei $47,5^{\circ}$ schmelzendes Produkt vom Siedepunkt $230-250^{\circ}/10\text{mm}$. Ausbeute: 160 Gewichtsteile, d.i. 92% d.Th.

Wird anstelle des Cyclohexanols ein technisches Methylcyclohexanol genommen, so erhält man in gleicher Ausbeute den entsprechenden Pentachlorphenyl-methylcyclohexyläther. Er ist flüssig und siedet bei $225-250^{\circ}/10\text{mm}$.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Pentachlorphenyläthern durch Erhitzen von Hexachlorbenzol mit Alkoholen und Alkalihydroxyd, dadurch gekennzeichnet, dass man Alkohole mit mehr als 3 C-Atomen verwendet und bei normalem Druck arbeitet.