

1.72 484 10 c/12 gr. v. 12 6.42

1301/J/Ke.

Krefeld-Urdingen, den 11. Juni 1942

BAG - Target

3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Pentachlorphenol.

Die Hydrolyse von Hexachlorbenzol zu Pentachlorphenol mit Hilfe von Alkalien in der Wärme ist bekannt. Hierbei wird stets die Verwendung von alkoholischen Alkalien vorgeschrieben, insbesondere wurden Glycerin und Methylalkohol verwendet.

Es wurde nun gefunden, dass überraschenderweise dieselbe Umsetzung bei Anwendung hinreichend hoher Temperaturen, insbesondere bei Temperaturen über 200°, auch mit wässrigen Alkalien ausgeführt werden kann. Die Höhe der Reaktionstemperatur hängt im einzelnen von der vorzugsweise niedrig gewählten Alkalikonzentration ab. Trotz dieser hohen Temperaturen wird nur ein einziges der im Molekül Hexachlorbenzol vorhandenen Chloratome gegen die Hydroxylgruppe ausgetauscht. Die Ausbeuten dieses Verfahrens sind ausgezeichnet, sie bewegen sich über 90%.

Das Verfahren kann bei entsprechender Konzentration der Alkalien, Reaktionstemperatur und Verweilzeit des Reaktionsgemisches in der Apparatur auch kontinuierlich durchgeführt werden. Hierbei bringt die Verwendung von wässrigen Alkalien gegenüber der von alkoholischen Lösungen den Vorteil mit sich, dass im ersteren Falle das entstehende Alkalichlorid gelöst bleibt, während es sich beim letzteren Verfahren abscheidet und zu Verstopfungen von Apparaturteilen führen kann.

Ferner hat es sich als vorteilhaft erwiesen, dem Reaktionsgemisch Dispergiermittel, wie z.B. alkylierte Naphthalinsulfosäuren o. dergl. zuzusetzen.

Beispiel 1.

142 Gewichtsteile Hexachlorbenzol, 50 Gewichtsteile Natriumhydroxyd und 1400 Teile Wasser werden in einem Rührautoklaven 1 Stunde auf 240° erhitzt wobei ein Druck von 40-42 atü entsteht. Aus der anfallenden Lösung wird nach Filtration das entstandene Pentachlorphenol durch Ansäuern ausgefällt. Ausbeute: 125 Gewichtsteile = 95% d. Th.

Beispiel 2.

Eine wässrige Suspension, die 214 g Hexachlorbenzol, 75 g Natriumhydroxyd und 0,5 g einer propylierten Naphthalinsulfosäure im Liter enthält, wird mittels einer Druckpumpe kontinuierlich in ein Heizrohrsystem gebracht und dort auf 240° erhitzt. Es stellt sich hierbei ein Druck von 42 atü ein. Die Durchlaufgeschwindigkeit wird so geregelt, dass nach erreichter Reaktionstemperatur eine Verweilzeit von etwa 20 Minuten eingehalten wird. Nach Passieren eines Wärmeaustauschers wird entspannt und aus der anfallenden Lösung, evtl. nach Zusatz von Tierkohle als Klärungsmittel, nach Filtration das entstandene Pentachlorphenol durch Ansäuern gefällt. Die Ausbeute beträgt über 90% d.Th.

Patentansprüche

- 1.) Verfahren zur Herstellung von Pentachlorphenol aus Hexachlorbenzol mit Hilfe von Alkalien in der Wärme, dadurch gekennzeichnet, dass man wässrige Alkalien verwendet.
- 2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man in Anwesenheit von Dispergierungsmitteln arbeitet.