

207077

PATENTE DE INVENCION

=====

B. 477

=====



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

" Procedimiento de fabricación de pentaclorofenol ".

=====

SOLICITANTES: PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques et
Electrometallurgiques, entidad francesa,
con domicilio en 23 Rue Balzac, PARIS, Francia.

=====

La presente invención, debida a las investigaciones efectuadas por los Sres. MERSIER y CHESNEAU, tiene por objeto un procedimiento de fabricación de pentaclorofenol por la acción de soluciones acuosas de álcali cáustico en hexaclorobenceno.

5.

Ya se conoce el hecho de preparar pentaclorofenol por reacción de soluciones de álcalis cáusticos en hexaclorobenceno C_6Cl_6 .

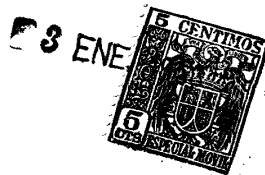
6-6

Por lo general, se trabaja en autoclave utilizando un disolvente capaz de disolver a la vez el hexaclorobenceno y

10.



- el álcali. Debido a esto, se ha propuesto emplear, al referido objeto, alcohol amílico o glicerina, pero entonces es conveniente operar a temperaturas relativamente elevadas, del orden de unos 250º a 280º, para obtener una transformación completa de
15. hexacloruro. Esta disposición, no conduce, por otra parte, a la obtención de pentaclorofenol puro; puesto que existe producción simultánea de polifenoles clorados que dan lugar a que se ennegrezcan los productos obtenidos y a pérdidas de rendimiento.
20. Más recientemente se ha demostrado que la utilización de metanol como disolvente permite mejorar en gran medida la reacción y, en particular, hace descender la temperatura de calefacción hasta 130-140º, siendo entonces la presión del autoclave aproximadamente de 11 a 12 atmósferas. Sin embargo,
25. es todavía necesario en este caso, utilizar un exceso de sosa cáustica para que el hexacloruro tratado se transforme completamente lo cual prueba la existencia de reacciones secundarias que conducen a la vez a una pérdida de rendimiento y a una disminución de la pureza del producto obtenido. Además,
30. el metanol no interviene tan solo como disolvente, se pone en reacción por su propia cuenta y da así lugar a la producción de pentacloranisol que se halla muchas veces en una dosis que puede alcanzar hasta el 10% del conjunto.
- Ahora bien, la sociedad solicitante ha descubierto
35. que se podía transformar el hexaclorobenceno en pentaclorofenol con rendimientos prácticamente cuantitativos sin intervención de disolventes orgánicos. El principio del procedimiento objeto de la presente invención consiste en calentar en un autoclave hexaclorobenceno con una solución de álcali
40. cáustico en cantidad estequiométrica adicionada previamente de un



agente humectador.

45. Como agente humectador se pueden emplear sales de sodio de ácidos grasos pesados: oleato, estearato, etc. preparados previamente o formados "in situ" mediante adición a la solución de sosa, de la cantidad necesaria de ácidos grasos o de aceite que se transformarán en jabón por reacción con la sosa.

50. Tambien se puede emplear uno de los numerosos productos tenso-activos que suministra actualmente la industria. Será suficiente que su estabilidad sea bastante grande para que pueda resistir mientras dura la operación, la solución caliente de sosa utilizada.

55. Se han obtenido resultados equivalentes empleando agentes humectadores de naturaleza química muy diferentes tales como el oleato de sodio, la sal de sodio de la oleilometilotaurina

$$\begin{array}{ccccccc} \text{C} & \text{H} & & \text{CO N} & - & \text{C H} & \text{SO Na} \\ & 17 & 33 & & & 24 & 3 \\ & & & & & & \text{CH}_3 \end{array}$$

60. o los agentes humectadores que no sean iónicos mediante reacción del óxido de etileno con los alcoholes o los fenoles pesados. La cantidad necesaria de agente tenso-activo depende de la naturaleza de este último.

65. Se ha comprobado que prácticamente la dosis empleada es suficiente cuando los cristales de hexaclorobenceno se humedecen instantáneamente y pasan a la solución de sosa en el momento en que se les introduce en el autoclave.

70. Las cantidades que se han de emplear para obtener tal descenso de la tensión interfacial entre el hexaclorobenceno y la solución de sosa, son por lo general muy reducidas. A título de ejemplo, damos a continuación las cantidades mínimas de diversos agentes humectadores,



que se precisa añadir a 1 litro de solución de sosa 3,4 veces normal para humedecer instantáneamente el hexaclorobenceno.

75.	- Oleato de sodio	0,02 grs
	- Estearato de hexametileno glicol	0,08 "
	- Octilo fenol tratado con 6 mols. de óxido de etileno	0,012 "
	- Monooleato de trietanolamina fórmico	0,05 "
	- Oleato de metilotaurina	0,028 "

80. Se pueden utilizar, sin inconveniente alguno, cantidades mucho mayores de agente humectador, pero no se mejora, sensiblemente el resultado.

Aun cuando se hayan utilizado agentes humectadores del tipo de sulfato de alcoholes pesados para favorecer, por formación de emulsión, las reacciones entre líquidos no mezclables, no se sospechaba que una adición tan reducida de jabón o de agente humectador de tipos muy diversos pueda volver rápida y cuantitativa una reacción que de otro modo sería muy lenta e incompleta entre una solución acuosa y cristales sólidos relativamente voluminosos.

90. Cuando se vierte hexaclorobenceno en la solución de sosa adicionada de agente humectador, se introduce inmediatamente en el seno de la solución. Entonces se cierra el autoclave y se eleva la temperatura. La reacción se inicia sin dificultad desde la temperatura de 180° - 190°; se hace más rápida a 200-205° y continúa aumentando su velocidad cuando aumenta la temperatura. Sin embargo, es conveniente no llegar a exceder sensiblemente de los 240° C. para evitar toda reacción secundaria.

100. Empleando una proporción de reactivo de dos moléculas



las de hidróxido de sodio por molécula de hexaclorobenceno y operando en las condiciones indicadas, se efectúa la reacción de una manera muy suave y tan solo es atacado uno de los átomos de cloro presente en la molécula.

105. Esto se puede demostrar fácilmente calentando en autoclave, pentaclorofenato de sodio con tal solución acuosa. Aun utilizando un exceso de lejía alcalina e intensificando la temperatura hasta aproximadamente 230-240° no se comprueba producción apreciable de cloruro sódico ni la aparición de un grupo fenólico suplementario.

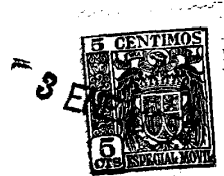
110. El procedimiento objeto de la presente invención permite en particular cargar el autoclave con cantidades importantes de hexaclorobenceno a cada operación. La solución acuosa obtenida al final de la reacción es entonces

115. tan rica en pentaclorofenato sódico que dicha sal se precipita por refrigeración. Se la puede separar mediante una sencilla centrifugación o filtración de la solución refrigerada. El pentaclorofenato que queda en solución se puede obtener fácilmente en estado de pentaclorofenol puro por acidulación.

120. La cantidad de hexaclorobenceno que se ha de introducir por litro de agua no está limitada prácticamente, por el hecho de que el pentaclorofenato de sosa obtenido después de refrigeración es muy voluminoso.

125. Cuando su concentración llega a ser muy fuerte se obtiene una masa pastosa. Es, pues, preferible en la práctica no exceder sensiblemente las siguientes proporciones:

130. 1,75 mol. o sean 500 g. de C_6Cl_6 y
3,5 mol. o sean 140 g. de NaOH



por litro de agua.

Se sobrentiende que es conveniente utilizar una buena agitación para mejorar las condiciones de puesta en contacto de los reactivos y llegar así a obtener una reacción más rápida.

135.

El procedimiento objeto de la presente invención se puede efectuar de modo continuo.

Los ejemplos siguientes que no son en modo alguno limitativos se dan únicamente para ilustrar la invención.

140.

EJEMPLO I.

Se calienta en autoclave, durante 4 a 5 horas a 200-205° con buena agitación, una mezcla constituida por:

28,5 Kgs. de hexaclorobenceno puro

8,040 Kgs. de sosa cáustica, utilizada en

145.

forma de una solución a un 12% , a la

que se han añadido 5 grs. de oleato sódico.

En estas condiciones, la concentración en hexaclorobenceno es aproximadamente de 430 g. por litro.

150.

Después de refrigeración, se orea la sal cristalizada y se separan 17 Kg. de pentaclorofenato de sodio bruto, un poco coloreado en marrón pero directamente utilizable.

La solución clara se acidula con ácido clorhídrico hasta un valor pH2. El pentaclorofenol se precipita entonces inmediatamente en grandes copos de apariencia gelatinosa que se filtra y se seca.

155.

El rendimiento global en fenato y fenol es de 97% ; la dosificación del cloruro de sodio efectuada especialmente sobre la lejía después de oreado corresponde sensiblemente a la cantidad teórica alcanzada.

160.

En las condiciones de ensayo un 59% del pentacloro-

8 ENE



fenol formado se separa directamente en estado de sal sódica.

EJEMPLO II.

165. Se calientan durante dos horas a 220-225° en autoclave, con buena agitación, una mezcla constituida por:

28,5 Kg. de hexaclorobenceno puro

8,040 Kg. de sosa cáustica , en solución a 12%

170. a la que se ha añadido 12 gr. de oleato de metilotaurina.

Después de refrigeración el producto final se orea y el pentaclorofenato bruto se seda: se recogen 19 Kg., o sea el 65% del hexaclorobenceno utilizado.

175. El filtrado contiene 98% del cloruro sódico teórico y el pentaclorofenol que se precipita por el ácido clorhídrico, se orea y se seca. Se obtienen 8,5 Kg. cuyo punto de fusión es de 180-185°. El rendimiento total alcanzó el 98%.

N O T A

180. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. Tambien se

185. hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente francesa de fecha 5 de enero de 1952, nº 621.661, acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que

190. se solicita Patente de Invención por 20 años en España:



"Procedimiento de fabricación de pentaclorofenol"; caracterizándose por lo siguiente:

195. 1ª.= Procedimiento de fabricación de pentaclorofenol, caracterizado porque se calienta entre 180 y 240º C. en un autoclave el hexaclorobenceno con una solución acuosa de álcali cáustico a la que se añade un agente humectador químicamente estable en la lejía caliente alcalina.
200. 2ª.= Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque se utilizan proporciones sensiblemente estequiométricas de hexaclorobenceno y de sosa, o sean 2 mols. de hidróxido sódico por mol. de hexaclorobenceno.
205. 3ª.= Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizado porque se utiliza una solución de sosa relativamente concentrada que puede alcanzar el límite de 3,5 mols. de hidróxido sódico por litro de solución.
210. 4ª.= Procedimiento según reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque se emplea una cantidad de agente humectador por lo menos igual a la que se necesita para garantizar una inmersión inmediata del hexaclorobenceno en la solución de sosa.
215. 5ª.= Procedimiento, según reivindicación 3ª, caracterizado porque se refrigera el líquido del autoclave cuando ha terminado la reacción y se separa por filtración el pentaclorofenato sódico cristalizado, y después se acidula el filtrado, para precipitar el pentaclorofenol residuario y se le aísla por filtración.
220. 6ª.= Procedimiento de fabricación de pentaclorofenol; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 3 de enero de 1953.
 PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques et
 Electrometallurgiques.