



370799

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I.P.C.  
CLASE C 07  
SUBCLASE C

**PATENTE DE INVENCION**  
=====

por "Procedimiento de fabricación de pentaclorofenol".  
a favor de PRIMMA, S.A., domiciliada en Barcelona, Paseo de Gra-  
cia 56.

=====

5

**MEMORIA DESCRIPTIVA**

El objeto de la presente solicitud de patente de inven-  
ción es un procedimiento para obtener pentaclorofenol.

Los procedimientos conocidos para fabricar pentacloro-  
fenol parten según sea del fenol o del hexaclorobenceno como ma-  
terias primas.

El procedimiento que parte del fenol, presenta muchas  
dificultades técnicas por la fuerte corrosión del fenol con el  
cloro y clorhídrico y además los rendimientos no son muy satis-  
factorios debido a reacciones secundarias.

15

El procedimiento que parte del hexaclorobenceno por  
hidrolisis alcalina, dá como producto de reacción el pentacloro-  
fenolato sódico consumiendo por cada mol de pentaclorofenolato  
obtenido dos moles de sosa y además se gastará un mol de ácido



clorhídrico para precipitar el pentaclorofenol.

El procedimiento en cuestión consiste en la reacción del hexaclorobenceno con un mol de sosa o potasa en un exceso de alcohol anhidro para obtener el éter correspondiente a este alcohol con el pentaclorofenol.

Después de separar de la masa de reacción el cloruro sódico formado se destila el exceso de alcohol y se obtiene el éter en forma de un aceite que a continuación se somete a una descomposición térmica que con o sin catalizador según el alcohol que se haya usado para la formación del éter da una olefina y el pentaclorofenol de una pureza muy alta.

La descomposición térmica se verifica a una temperatura que oscila entre 150 y 250°. Esta reacción es cuantitativa especialmente cuando los derivados éteres son de alcoholes secundarios.

El hexaclorobenceno se mezcla con un mol de sosa o potasa sólida anhidra y con dos a diez moles de alcohol secundario triturándose la mezcla en un molino de bolas u otro aparato mecánico que permita obtener una finísima dispersión de los productos a reaccionar. La mezcla triturada se inyecta a un sistema de tubos rectos provistos con agitación interior y envolvente de calefacción. La temperatura de reacción en este sistema de aparatos se mantendrá entre 150 y 250° según el tiempo de reacción necesario y a una presión entre 20 y 80 atmósferas para mantener el producto inyectado en fase uniformemente líquida. El producto de reacción pasará por el aparato de reacción en un tiempo que oscilará entre 2 y 20 minutos para conseguir una reacción completa.

El producto de reacción que se descarga continuamente por medio de una válvula que mantiene la presión dentro del aparato de reacción, pasa a una caldera donde destilará la mayor par



te del exceso de alcohol. El producto residual contiene el pentaclorofenoleter, el cloruro sódico y el resto de alcohol. Este producto se filtra para separar el cloruro sódico, después se elimina por destilación el resto de alcohol. El residuo de esta  
5 destilación, que es un aceite, se pasa por un tubo cerámico calentado entre 170 a 300° consiguiéndose así una descomposición cuantitativa del éter y formándose por una parte el pentaclorofenol y por otra parte la olefina correspondiente al alcohol que formaba el éter. Los dos productos se separan al final de la salida del tubo de cerámica por ser la olefina normalmente un producto con un punto de ebullición bajo mientras que el pentaclorofenol sale líquido; la olefina en forma de vapor se condensará después de pasar por un sistema de refrigeración.

#### EJEMPLOS

15 18. 28 Kgs. de hexaclorobenceno técnico puro y 60 litros de alcohol isopropílico y 4 Kgs. de sosa escamas, se cargan en un molino de bolas triturándose hasta obtener una finísima y estable suspensión. Después se pasa toda la mezcla a una caldera con agitador y se le añaden 150 litros más de alcohol isopropílico puro. Esta mezcla se inyecta por medio de una bomba dosificadora dentro de un sistema de autoclaves tubulares con un volumen interior de aproximadamente 10 litros previstas de envolvente de calefacción y agitador interior. La cantidad inyectada será de 30 litros por hora. La temperatura se mantendrá entre 190  
20 y 200° y la presión oscilará entre 35 y 40 atmósferas. El producto de reacción que se descargará continuamente por una válvula automática, pasa a una caldera destilando un 80 por ciento del alcohol isopropílico en exceso y el residuo que queda es el pentaclorofenolisopropileter disuelto en el resto de alcohol isopropílico junto con el cloruro sódico formado por la reacción. Este  
30



residuo se filtra para separar el cloruro sódico, después se destila el resto de alcohol isopropílico; junto con el que ya ha destilado después de la reacción, se recupera el 97% del alcohol isopropílico que había en exceso.

5 El aceite que forma el pentaclorofenólisisopropileter obtenido se carga en una caldera con calefacción y de ésta se descarga lentamente a un tubo de cerámica montado con ligera inclinación y calentado eléctricamente a 230°. A la salida del tubo inclinado, se conecta un separador que permite recoger el  
10 pentaclorofenol obtenido por la descomposición térmica por una parte, y por otra parte el gas formado por la descomposición que es el isopropileno, se recogerá en un gasómetro. Se obtienen 25 Kgs. de pentaclorofenol practicamente incoloro con un punto de fusión de 183°.

15 2°. 28 Kgs. de hexaclorobenceno técnico puro y 100 litros de metilamylalcohol y 5 Kgs. de potasa escamas, se trituran en un molino de bolas; después el producto se carga a una caldera de reacción en la cual se calienta la mezcla hasta 160° durante 5 horas y con una agitación muy fuerte. Después de comprobar el  
20 consumo total de la potasa, se enfría el producto y se filtra para separar el cloruro de potasa formado.

El producto de reacción se pasa a una caldera para destilar y recuperar el exceso de alcohol. Una vez terminada la destilación recuperando un 96% del exceso de alcohol, quedará en  
25 la caldera como residuo un aceite que es el pentaclorofenolisisohexileter. Este aceite se carga en una caldera con calefacción y de esta caldera el producto se descarga lentamente para pasar por un tubo de cerámica calentado eléctricamente a 220° originándose en él una descomposición térmica del éter y obteniéndose en forma  
30 continua el pentaclorofenol que sale líquido por el otro extremo



del tubo de cerámica mientras que el hexeno que se desprende será condensado por refrigeración. Se obtienen 24,5 Kgs. de pentaclorofenol técnico puro y 9,0 Kgs. de hexeno.

En la ejecución practica del objeto de la presente  
5 patente podrán variar cuantos detalles de montaje y manipulativos no afecten cambiándola o modificándola a su propia esencialidad.

N O T A  
=====

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

10 1ª.- Procedimiento de fabricación de pentaclorofenol caracterizado por la formación de pentaclorofenoléteres y su descomposición térmica en pentaclorofenol y olefina.

15 2ª.- Procedimiento de fabricación de pentaclorofenol según la reivindicación 1ª, llevando a cabo la reacción continua o discontinua para la formación de los éteres del pentaclorofenol por reacción de una mezcla de hexaclorobenceno en finisima dispersión con alcoholes secundarios y un mol de sosa o potasa anhidra.

20 3ª.- Procedimiento de fabricación de pentaclorofenol según las reivindicaciones 1ª y 2ª procediendo a una descomposición térmica de los éteres haciendolos pasar por un sistema tubular calentado a temperaturas entre 170 y 300ª.



48.- PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PENTACLOROFENOL.

Consta la presente memoria de seis hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Barcelona, 28 de Julio de 1969

PRIMMA, S.A.

5

p/a.