

3363

Betr.: Darstellung von Isopropylbenzol.

A) Darstellung von 2-Chlorpropan.

Propan und Chlor werden im Molverhältnis 3 : 1 kalt gemischt und in einem Reaktionsrohr aus Jenaer Glas bei einer Temperatur von 300°C und einer Raumgeschwindigkeit von 470 zur Reaktion gebracht. Das Reaktionsgemisch, bestehend aus chloriertem Propan, überschüssigem Propan und dem bei der Reaktion abgespaltenen Chlorwasserstoff, wird nach Austritt aus dem Reaktionsraum zunächst durch Vorlagen mit Wasser geleitet, in denen der Chlorwasserstoff absorbiert wird. Das restliche Gasgemisch von chloriertem und überschüssigem Propan wird in einen mit Aktivkohle gefüllten Adsorptionsturm geleitet, der von aussen mit Wasser gekühlt wird. Das adsorbierte Reaktionsprodukt, bestehend aus Chlorpropanen und C<sub>3</sub>-Kohlenwasserstoffen, wird mit überhitztem Wasserdampf (140°-150°) abgeblasen, wobei gleichzeitig durch den äusseren Mantel des Turmes Heissdampf geleitet wird, um ein frühzeitiges Abkühlen des Wasserdampfes zu verhindern. Das abgeblasene Produkt wird in Kühlern ausgekühlt und das Kondensat, bestehend aus Chlorpropanen + Wasser, in Vorlagen aufgefangen, während das überschüssige Propan in einen Gasometer geleitet wird, von wo es wieder neu eingesetzt wird. Die wässrige Schicht des Kondensates wird abgetrennt, das angefallene flüssige Reaktionsprodukt getrocknet und destilliert.

<u>Ausbeuten:</u>	1.) 2-Chlorpropan	= 78,4 Gew. %	} bezogen auf aufgefallene Reaktionsprodukte
	2.) 1-Chlorpropan	= 9,6 "	
	3.) höher chlorierte Propane	= 12,0 "	
<u>Propanbilanz:</u> (bezogen auf verbrauchte Propanmenge)			
	In Monochlorpropanen:	76,3 Gew. %	
	In Dichlorpropanen:	8,1 "	
	Bei der Reaktion gebildetes Propylen:	6,2 "	
	Nicht nachweisbares Propan:	9,4 "	
		<hr/>	
		100,0 Gew. %	

<u>Chlorbilanz:</u>	In Monochlorpropanen:	36,4	Gew. %
	In höher chlorierten Propanen:	7,7	"
	Im abgespaltenen Chlorwasserstoff:	51,8	"
	Nicht umgesetztes Chlor:	0,0	"
	Nicht nachweisbares Chlor:	4,1	"
		<hr/>	
		100,0	Gew. %

B) Darstellung von Isopropylbenzol.

Die vierfache Gewichtsmenge eines 90er Benzols, bezogen auf die umzusetzende Gewichtsmenge Propylchlorid (1 + 2-Chlorpropan) wird auf 65°C erwärmt, mit 3 Gew. %  $AlCl_3$  gepulvert, bezogen auf die umzusetzende Gewichtsmenge an Propylchlorid, versetzt und die Lösung mit HCl gesättigt. Die Zugabe des Propylchlorids erfolgt durch Eintropfen desselben in das Benzol unter gleichzeitigem Rühren der Flüssigkeiten. Nach Einsetzen der Reaktion wird die Zuflussgeschwindigkeit des Propylchlorids so eingestellt, dass eine gleichmässige, nicht zu starke HCl-Entwicklung auftritt, d.h. die Reaktion nicht zu stürmisch verläuft. Der bei der Kondensation abgespaltene Chlorwasserstoff wird durch Rückflusskühler abgeführt, um etwa mitgerissenes Propylchlorid zurückzufüllen und anschliessend in Wasservorlagen absorbiert. Nach Beendigung der Reaktion lässt man erkalten, trennt die dunkelbraune flüssige Doppelverbindung ab, wäscht das aus dem Kondensationsprodukt und überschüssigen Benzol bestehende Reaktionsgemisch 2 - 3 mal mit Wasser, trocknet und destilliert. Das bei der Destillation wiedergewonnene überschüssige Benzol kann für neue Kondensationen wiederverwendet werden.

<u>Ausbeuten:</u>	1.) Isopropylbenzol (Siedelage: 150°-160°)	= 83,4	Gew. %
	2.) Diisopropylbenzol:	= 13,7	"
	3.) Zwischenfraktionen: (81°-150°)	= 2,9	"

Benzolbilanz: (bezogen auf verbrauchtes Benzol)

Im Monopropylbenzol:	76,8	Gew. %
Im Diisopropylbenzol:	7,7	"
Nicht nachweisbares Benzol:	15,5	"
	<hr/>	
	100,0	Gew. %

Propylbilanz:

Im Monopropylbenzol:	79,4	Gew. %
Im Dipropylbenzol:	14,8	"
Nicht nachweisbares Propyl:	5,8	"
	<hr/>	
	100,0	Gew. %

C) Aufstellung der erforderlichen Ausgangsstoffe, bezogen auf 100 kg Isopropylbenzol.

1.) Propan = 50,0 kg	3.) Benzol = 85,5 kg
2.) Chlor = 80,8 kg	4.) $AlCl_3$ = 2,4 kg

Anfallende Nebenprodukte:

- |     |                   |                               |             |
|-----|-------------------|-------------------------------|-------------|
| 1.) | Die Isopropene:   |                               | 11,1 kg     |
| 2.) | Dipropylbenzol:   |                               | 12,2 kg     |
| 3.) | Chlorwasserstoff: | a) aus der Bromanchlorierung: | 42,9 kg     |
|     |                   | b) aus der Kondensation:      | ca. 38,0 kg |
|     |                   |                               | (errechnet) |

Verluste:

- |     |         |         |
|-----|---------|---------|
| 1.) | Kroton: | 4,7 kg  |
| 2.) | Chlor:  | 5,3 kg  |
| 3.) | Benzol: | 12,9 kg |

D) Kennzahlen des Isopropylbenzols:

- |     |                              |   |                            |
|-----|------------------------------|---|----------------------------|
| 1.) | d <sub>20</sub> <sup>0</sup> | = | 0,866                      |
| 2.) | P. Schw. Z                   | = | ca 100                     |
| 3.) | S.Z.                         | = | 0,10 g/100 cm <sup>3</sup> |
| 4.) | Jodzahl                      | = | 1,8                        |
| 5.) | Abd. Test                    | = | 2,4 mg                     |
| 6.) | H.B.T.                       | = | 109,2                      |
| 7.) | M.V. (Res. Meth.)            | = | 137 Oktan                  |
|     | H.V. (Pot. " )               | = | 120 "                      |
| 8.) | Flammpunkt                   | = | 34°                        |
| 9.) | Siedepunkt                   | = | -100°C                     |

*Handwritten signature and number 7*