

Frankfurt a. Main

Akt. Z.

Einger.

BAG

Target

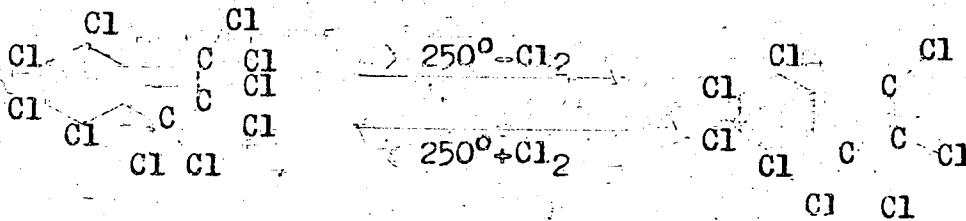
Dr. W/F. 1385

3414 30/4.17
Krefeld-Uerdingen, den 27. Juli 1944

Verfahren zur Herstellung von Octachlorinden.

Es wurde gefunden, dass man Octachlorinden in technisch einfacher Weise und in bemerkenswerter Reinheit dadurch erhalten kann, dass man aus Dekachlorhydrinden durch Erhitzen Chlor abspaltet. Die Chlorabspaltung setzt bei etwa 200° ein.

Zur Erzielung des praktisch reinen Octachlorindens ist es nicht erforderlich, von reinem Dekachlorhydrinden auszugehen. Man kann vielmehr mit Vorteil auch die in bekannter Weise durch spaltende Chlorierung von Naphthalin erhältlichen Rohprodukte als Ausgangsstoffe verwenden, in denen meist ein Gemisch von Dekachlorhydrinden mit Perchlorinden vorliegt. Die beiden Verbindungen lassen sich im Sinne des folgenden Gleichgewichts ineinander überführen:



Dementsprechend lässt sich praktisch reines Octachlorinden durch einfache Destillation des Dekachlorhydrindens bzw. der vorerwähnten Gemische der letztgenannten Verbindung mit Octachlorinden erhalten.

Octachlorinden kristallisiert aus Eisessig in farblosen Blättchen (Fp. 132°), die sich am Licht schwach rosa färben. Gemische aus Octachlorinden und Dekachlorhydrinden (Fp. 134°) zeigen gegenüber den reinen Verbindungen sehr stark herabgesetzte Schmelzpunkte. In dem von Th. Zinke (A. 272, 270) beschriebenen bei 82° schmelzenden Produkt, das durch Einwirkung von Phosphorpentachlorid auf Octachlorinden erhalten wurde, lag vermutlich ein solches Gemisch vor.

Das Octachlorinden kann z. B. als Zwischenprodukt für die Herstellung von Farbstoffen dienen.

Handwritten signature or mark

beispiel 1. - Über 312 Gewichtsteile Naphthalin, die unter Zusatz von 6 g Eisenpulver in einem stehenden Rohr mit Rückflußkühler geschmolzen wurden, wird ein Chlorstrom von etwa 150 000 Raumteilen pro Stunde unter guter Gasverteilung geleitet. Die Temperatur wird anfangs durch Aussenkühlung auf 120-140° gehalten, später lässt man die Temperatur auf etwa 180-190° ansteigen und hält diese Temperatur, wenn die Reaktionswärme nicht mehr ausreicht, durch Nachheizen aufrecht. Nach mehreren Stunden erstarrt eine entnommene Probe nicht mehr wachsig, sondern strahlig kristallin. In diesem Stadium liegt vorwiegend Octachlornaphthalin vor. Nun steigert man die Temperatur auf 250-280°, verringert den Chlorstrom auf 30-50 000 Raumteile pro Stunde und stellt den Kühler zum Abdestillieren um. Im Kühler kondensiert sich alsbald der entstehende Tetrachlorkohlenstoff. Wenn kein Tetrachlorkohlenstoff mehr entwickelt wird, ist der Übergang des Naphthalinkerns in das Inden- bzw. Hydrindengerüst beendet. Es liegt nun ein Gemisch von Dekachlorhydrinden und Octachlorinden vor.

Zur Gewinnung von reinem Dekachlorhydrinden senkt man die Temperatur unter weiterer schwacher Chlorzufuhr im Verlaufe von 2-4 Stunden auf 130-140°. Die Schmelze erstarrt dann beim Abkühlen kristallin. Das Rohprodukt (1130 Gewichtsteile) liefert aus wenig Chloroform umkristallisiert grosse glänzende farblose Kristalle des Dekachlorhydrindens (Fp. 134°).

Zur Gewinnung von Octachlorinden wird das wie oben beschrieben erhaltene Rohprodukt ohne weitere Chlorzufuhr auf etwa 300° erhitzt und nach Beendigung der Gasentwicklung destilliert. Das unter gewöhnlichen Druck bei 375-380° und unter 120 mm Druck bei 305-309° übergehende Produkt ist nahezu reines Octachlorinden (Fp. 128-131°). Ausbeute über 75% d.Th.

Die Verbindung kristallisiert aus Eisessig in farblosen am Licht sich rosa färbenden glänzenden Blättchen (Fp. 132°).

C	gefunden	27,72 %	Für C ₉ Cl ₈	berechnet	C	= 27,59 %
Cl	"	72,19 %			Cl	= 72,41 %

In rauchender Schwefelsäure von 20-50% SO₃-Gehalt löst sie sich bei Raumtemperatur allmählich mit fuchsiner Farbe. Die Lösungsfarbe schlägt beim Erwärmen auf 80° zu einem grünlichgelben Gelb um und ist in dicker Schicht dann olivgrün. Dekachlorhydrinden zeigt mit rauchender Schwefelsäure keine solchen Farbreaktionen.

Beispiel 2:

463 Gewichtsteile Dekachlorhydrinden (Fp. 134°), dargestellt nach Beispiel 1, werden allmählich auf 350° erhitzt, bis die ab etwa 200° beginnende Chlorabspaltung beendet ist. Die beim Abkühlen kristallin erstarrende Schmelze besteht aus praktisch reinem Octachlorinden.

Patentansprüche:

- 1.) Verfahren zur Herstellung von Octachlorinden, dadurch gekennzeichnet, dass man aus Dekachlorhydrinden durch Erhitzen Chlor abspaltet.
- 2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das durch spaltende Chlorierung von Naphthalin erhältliche Rohprodukt destilliert.