

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶



[12] 发明专利申请公开说明书

C07C 63/10

C07C 51/573

[21] 申请号 96122195.X

[43]公开日 1998年7月1日

[11] 公开号 CN 1186063A

[22]申请日 96.12.25

[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022吉林省长春市人民大街159号

[72]发明人 丁孟贤 张 劲 杨正华

权利要求书 1 页 说明书 2.0 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 氯代苯酐异构体的分离方法

[57]摘要

本发明属于氯化苯酐异构体的分离。

在压力范围为 6—100KPa, 相应温度为 180—215℃, 以 20 块以上的理论塔板可以由混合氯代苯酐蒸馏获得 95%以上高纯度的 3-氯代苯酐和 4-氯代苯酐。

(BJ)第 1456 号

权 利 要 求 书

1. 一种氯代苯酐异构体的分离方法，其特征在于压力范围 6 - 100KPa，相应温度为 180 - 325℃ 蒸馏分离，得到纯度在 95% 以上的 3-氯代苯酐和 4-氯代苯酐。

说明书

氯代苯酐异构体的分离方法

本发明属于氯代苯酐异构体的分离方法。

氯代苯酐是聚酰亚胺的重要原料，用它可以合成多种单体二酐，也可用来直接合成聚酰亚胺。此外氯代苯酐还是染料中间体、药物的原料。在现有的合成路线中，以邻二甲苯为原料，氯代后再以空气氧化为氯代苯酐的方法最为经济。但目前尚未找到选择性足够高的方法，以获得单一的 3-氯代邻二甲苯或 4-氯代邻二甲苯。以上述的方法，中国专利 92104637·5，获得的氯代邻二甲苯为二种异构体的混合物，3-位和 4-位氯代的异构体的比例约为 45:55。二者的沸点仅相差 1-2℃，难以分离。4-氯代苯酐的沸点为 298℃，3-氯代苯酐的沸点尚未见报道。由混合的氯代苯酐分离二种异构体的方法也未见报道。

本发明的目的是提供一种蒸馏分离高纯度 3-氯代苯酐和 4-氯代苯酐的方法。

本发明包括在压力范围为 6-100KPa，相应温度为 180-325℃，蒸馏分离出 95% 以上高纯度的 3-氯代苯酐和 4-氯代苯酐的方法。

如上所述，目前尚无从混合氯代苯酐中分离出二个异构体的方法报道。蒸馏法与其它方法如重结晶法比较，则是化学工业最易接受、最经济又适于大规模生产的方法。

实施例1:

将 500 克氯代苯酐在常压 (99KPa) 下，通过一根约有 25 块理论塔板的分馏柱进行蒸馏，各馏分情况如下表:

馏份	1	2	3	4	5	6
温度 (°C)	<290	290 - 292	292 - 296	296 - 299	296 - 306	306 - 325
苯酐	含水分的	0.17%	0.03%	0.09%	0.33%	0.01%
3-氯代苯酐	馏头部分	0.43%	15.25%	17.82%	35.08%	97.67%
4-氯代苯酐		99.39%	84.72%	82.09%	64.60%	2.32%
重量 (克)	21.4	122.5	97.5	60.2	55.0	101.8

纯度由气相色谱测定，混合氯代苯酚的组分为：苯酚：0.12%，3-氯代苯酚：40.78%，4-氯代苯酚：59.14%。蒸馏后残液 33.5 克。

实施例 2:

以 1000 公斤混合氯代苯酚，通过理论塔板为 45 块的蒸馏塔，在 12.5KPa 压强下进行蒸馏，在 208 - 212℃ 获得 4-氯代苯酚 608 公斤，纯度为 98.5%；在 216-221℃ 获得 3-氯代苯酚 278 公斤，纯度为 98.3%。