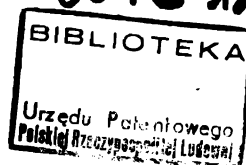


Opublikowano dnia 10 października 1957 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40158

Kl. 12 o, 17/01

Spółdzielnia Pracy Chemików „Xenon“*)

Łódź, Polska

Sposób wytwarzania uretanu etylowego, farmakopealnego

Patent trwa od dnia 25 lipca 1956 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania uretanu etylowego, farmakopealnego, z azotanu mocznika, azotynu sodowego oraz absolutnego alkoholu etylowego użytego w nadmiarze.

Znane jest wytwarzanie uretanu etylowego z azotanu mocznika, azotynu sodowego oraz absolutnego alkoholu etylowego, (użytego w nadmiarze), przez gotowanie tych składników pod chłodnicą zwrotną, oddestylowanie alkoholu, rozpuszczenie suchej pozostałości w wodzie, wyodrębnienie z roztworu wodnego wytworzonego już uretanu etylowego za pomocą rozpuszczalnika ekstrakcyjnego, oddestylowanie rozpuszczalnika i destylację suchej pozostałości pod zmniejszonym ciśnieniem. Jako rozpuszczalnik ekstrakcyjny stosuje się zwykle eter etylowy.

Według wyżej opisanej metody otrzymuje się

uretan etylowy, farmakopealny, z wydajnością około 45% w stosunku do wydajności teoretycznej w odniesieniu do azotanu mocznika. Stosowany jako rozpuszczalnik ekstrakcyjny eter jest kosztowny i niebezpieczny w produkcji.

Stwierdzono, że można otrzymać uretan etylowy z wysoką wydajnością i bez użycia niebezpiecznego eteru, jeżeli do masy reakcyjnej, w skład której wchodzi azotan etylowy, azotyn sodowy i alkohol etylowy (w nadmiarze) doda się składnika tworzącego z wodą (powstałą w czasie reakcji) oraz z alkoholem etylowym azeotrop trójskładnikowy.

Stwierdzono również, że wyodrębnianie wytworzonego uretanu z masy reakcyjnej, ulega znacznemu uproszczeniu, jeżeli masę reakcyjną przed oddestylowaniem alkoholu zobojętni się do wartości P_H 4—6, a po oddestylowaniu alkoholu suchą pozostałość oddestyluje pod zmniejszonym ciśnieniem. W ten sposób unika się kłopotliwych czynności stosowanych dotychczas w czasie wyodrębniania uretanu farmakopealnego.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Wacław Świerczyński, inż. Jerzy Twardowski i inż. Waldemar Wypycha.

Sposób według wynalazku polega na tym, że do mieszaniny reakcyjnej, składającej się z azotanu mocznika, azotynu sodowego oraz absolutnego alkoholu etylowego (w nadmiarze), dodaje się składnika tworzącego z wodą i alkoholem azeotrop trójskładnikowy, który oddestylowuje się, po czym mieszaninę reakcyjną zobojętnia do wartości $P_H=4-6$, a z zobojętnionego roztworu oddestylowuje alkohol, a suchą pozostałość destyluje pod zmniejszonym ciśnieniem.

Do zobojętniania stosuje się zwykle dwuwęglan sodowy.

Jako składnik tworzący azeotrop trójskładnikowy z wodą i alkoholem stosuje się związek o temperaturze wrzenia co najmniej o 10°C niższej od temperatury wrzenia etanolu, np. czterochlorek węgla, tróchloroetylen, dwusiarczek węgla lub benzen.

Stosunek wagowy azotanu mocznika do etanolu wynosi od 1:4 do 1:6.

Przy stosowaniu benzenu, jako składnika tworzącego azeotrop, dodaje się go w ilości 1:5 w stosunku do wagi etanolu.

Suchą pozostałość po odpędzeniu alkoholu destyluje się pod ciśnieniem zmniejszonym wynoszącym najwyżej 20 mm słupa Hg.

Przykład. W 30 l absolutnego etanolu rozpuszcza się 4,8 kg azotanu mocznika, ogrzewa pod chłodnicą zwrotną do wrzenia i dodaje stopniowo 2,84 kg suchego azotynu sodowego. Po upływie 20 godzin do mieszaniny reakcyjnej dodaje się 6 l benzenu, po czym w ciągu około 6 godzin oddestylowuje się wytworzony azeotrop, który wrze w temperaturze $64,8^\circ\text{C}$.

Po oddestylowaniu azeotropu mieszaninę reakcyjną gotuje się nadal pod chłodnicą zwrotną

o około 10 godzin, po czym odsącza się wydzielający się azotan sodu, a roztwór po ochłodzeniu zobojętnia dwuwęglanem sodowym do wartości $P_H=5$. Z zobojętnionego roztworu odpędza się etanol, a suchą pozostałość destyluje pod ciśnieniem 20 mm Hg.

Po jednokrotnej destylacji próżniowej otrzymuje się farmakopealny uretan etylowy w ilości 2,83 kg, co stanowi 85% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania farmakopealnego uretanu etylowego z azotanem mocznika, azotynu sodowego i absolutnego etanolu, znamieny tym, że do wrzącej mieszaniny reakcyjnej dodaje się składnika tworzącego azeotrop trójskładnikowy z etanolem i wodą, oddestylowuje azeotrop, zobojętnia mieszaninę reakcyjną do wartości $P_H=4-6$, odpędza etanol, a suchą pozostałość destyluje pod ciśnieniem wynoszącym najwyżej 20 mm Hg.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako składnik azeotropu trójskładnikowego stosuje się związek o temperaturze wrzenia co najmniej o 10°C niższej od temperatury wrzenia etanolu.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że składnika azeotropowego dodaje się w ilości 1:5 w stosunku do wagi etanolu.

Spółdzielnia Pracy Chemików
„Xenon”

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych.