

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

53880

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 45 1, 21/04

Zgłoszono: 09. VII. 1965 (P 109 952)

Pierwszeństwo: _____

MKP A 01 n

21/04

Opublikowano: 20. XI. 1967

UKD
631.531.17:547

Współtwórcy wynalazku: Konrad Sawicki, Antoni Górski, Juliusz Łotocki, Barbara Wicherkiewicz

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania ciekłej rtęcioorganicznej zaprawy nasiennej

1

Przedmiotem wynalazku jest nowy sposób wytwarzania ciekłej rtęcioorganicznej grzybobójczej zaprawy nasiennej, pozwalający na realizację procesu technologicznego bez jednoczesnego powstawania toksycznych ścieków oraz bez wyodrębniania produktów pośrednich.

Znany sposób otrzymywania rtęcioorganicznych pochodnych dwucyjanodwuamidu o właściwościach grzybobójczych polega między innymi na działaniu wodorotlenku metylortęciowego na dwucyjanodwuamid.

Wodorotlenek metylortęciowy powstaje w reakcji wodorotlenku sodowego z chlorkiem metylortęciowym, który otrzymuje się drogą reakcji chlorku sodowego z octanem metylortęciowym, ten zaś można otrzymać przez reakcję tlenku rtęciowego z kwasem octowym i działanie na powstały w ten sposób octan rtęciowy nadtlakiem acetylu.

Proces wytwarzania pochodnych dwucyjanodwuamidu, w którym jednym z etapów jest otrzymywanie chlorku metylortęciowego jest niedogodny, gdyż w trakcie wyodrębniania tego związku powstają ścieki zawierające rtęć, a także dlatego, że samo wyodrębnianie chlorku metylortęciowego związane jest z poważnym zagrożeniem ze strony tej wysoko toksycznej i lotnej substancji. Sposób według wynalazku polega na wytwarzaniu nowej rtęcioorganicznej zaprawy nasiennej w procesie technologicznym nie przewidującym otrzy-

2

mywania chlorku metylortęciowego, przy braku jakichkolwiek ścieków produkcyjnych. Zespolenie szeregu reakcji w jednym ciągu produkcyjnym pozwala na prowadzenie wszystkich operacji w jednym reaktorze, wyłącznie w roztworach, umożliwiając pełną hermetyzację aparatury. Zmniejsza to poważnie zagrożenie zdrowia obsługujących aparaturę pracowników i obniża koszty inwestycyjne i produkcyjne.

10 Sposób według wynalazku polega na zobojętnieniu wodorotlenkiem sodowym roztworu octanu metylortęciowego w rozcieńczonym kwasie octowym, uzyskanego drogą działania nadtlakiem acetylu na octan rtęciowy otrzymany z tlenku rtęciowego i kwasu octowego. Tak otrzymany roztwór kompleksu octanu metylortęciowego z octanem sodowym poddaje się działaniu roztworu dwucyjanodwuamidu, dodaje odpowiednią ilość rozpuszczalników, roztworu barwnika, substancji
20 obniżającej temperaturę krzepnięcia cieczy i rozcieńcza wodą w celu uzyskania wymaganego stężenia rtęci.

W pierwszym stadium procesu w celu otrzymania roztworu octanu rtęciowego w bezwodnym
25 kwasie octowym stosuje się 3,5—8,0 mola kwasu octowego i 1,0—1,2 mola bezwodnika octowego na mol tlenku rtęciowego. W drugim stadium po wprowadzeniu do otrzymanego roztworu 0,1—0,3 mola bezwodnika octowego inicjuje się reakcję
30 wolno-rodnikową przez wprowadzenie w tempera-

turze około 100° 0,05—0,10 mola nadtlenu acetylu. Każdą z reakcji prowadzi się w ciągu 0,5—2 godzin w temperaturze 80—110°.

W trzecim stadium procesu do uzyskanego roztworu octanu metylortęciowego dodaje się 4,8—10,0 moli wodorotlenku sodowego, a następnie poddaje go w temperaturze pokojowej w czasie dłuższym niż 1 godzina lub w temperaturze 70—85° w ciągu 0,5—1,0 godziny działaniu 1,0—1,1 mola dwucyjanodwuamidu.

Przykład: Do reaktora wprowadza się 9,9 kg czerwonego tlenku rtęciowego, 14,5 kg technicznego kwasu octowego i 5,5 kg bezwodnika octowego. Mieszaninę miesza się w ciągu 1,5 godziny w temperaturze 90—95° do całkowitego rozpuszczenia zawiesiny, a następnie w ciągu 5 minut wprowadza się 1,0 kg bezwodnika octowego i 1,7 kg 20 procentowego roztworu nadtlenu acetylu we ftalanie dwuetylowym.

Roztwór miesza się w dalszym ciągu przez 2 godziny w temperaturze 95—100°. Po schłodzeniu dodaje się 104,3 kg wody i miesza w ciągu 20 minut. Następnie dodaje się 104,3 kg alkoholu etylowego posulfitowego, 92,8 kg 15 procentowego roztworu wodorotlenku sodowego i miesza w ciągu 30 minut w temperaturze 30°. Po tym czasie wprowadza się do reaktora roztwór 4,0 kg dwu-

cyjanodwuamidu w 104,3 kg wody i miesza w ciągu 1 godziny w temperaturze 80° lub 2 godziny w temperaturze pokojowej. Po odfiltrowaniu zanieczyszczeń i dokonaniu analitycznego oznaczenia rtęci w roztworze dodaje się 40 kg 2,5 procentowego roztworu barwnika ostrzegawczego, 100 kg glikolu etylenowego i 96 kg alkoholu etylowego posulfitowego i 326 kg wody. Po dokładnym wymieszaniu uzyskuje się około 1000 kg gotowej zaprawy nasiennej zawierającej około 0,8% związanej organicznie rtęci.

Zastrzeżenia patentowe

15

1. Sposób wytwarzania ciekłej rtęcioorganicznej zaprawy nasiennej **znamienny tym**, że roztwór zawierający octan metylortęciowy i kwas octowy poddaje się działaniu wodorotlenku sodowego, otrzymany kompleks octanu metylortęciowego i octanu sodowego poddaje działaniu roztworu dwucyjanodwuamidu i rozcieńcza odpowiednimi rozpuszczalnikami dożądanego stężenia rtęci.

20

25 2. Sposób według zastrzeżenia 1 **znamienny tym**, że reakcje prowadzi się w temperaturze pokojowej lub podwyższonej.