



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47965

 Kl. 12 o, 7/03
 Kl. internat. C 07 c *47/46*

Polskie Odczynniki Chemiczne *)

Gliwice, Polska

Sposób wytwarzania wodzianu chloralu o dużym stopniu czystości

Patent trwa od dnia 24 listopada 1961 r.

Znane sposoby wytwarzania wodzianu chloralu o dużym stopniu czystości polegają na bezpośrednim uwodnieniu chloralu, a następnie krystalizacji uzyskanego wodzianu chloralu z rozpuszczalników organicznych.

Według tych sposobów do 100 części chloralu wlewa się porcjami przy mieszaniu 12,2 części wody, po czym gorącą mieszaninę po reakcyjną wylewa się na tace porcelanowe, na których po oziębieniu wykryształizowuje wodzian chloralu (Ullmanns Encyklopädie der Technischen Chemie, Berlin 1954, t. 5, str. 323, — G. Martin, Industrial and Manufacturing Chemistry, Londyn 1952, cz. I, str. 379. — Hagers Handbuch der Pharmazeutischen Praxis, Berlin 1949, t. I, str. 984). Otrzymany wodzian chloralu przekryształizowuje się z benzenu lub chloroformu, eteru naftowego lub benzyny, aż do uzyskania kryształów o pożądanym stopniu

czystości. Jak wiadomo, chloral jest związkiem nietrwałym, łatwo tworzy produkty addycji produkty polimeryzacji, autokatalitycznie utlenia się do takich produktów jak kwas trójchlorooctowy, CO, CO₂, HCl i fosgen (R. Kirk, D. Othmer, Encyklopedia of Chemical Technology, New York 1953, t. 3, str. 661). Z drugiej strony reakcji uwadniania chloralu towarzyszy duże wydzielanie się ciepła tak, że temperatura mieszaniny reakcyjnej w całości lub lokalnie, może osiągnąć temperaturę wrzenia chloralu. Tak znaczne podwyższenie temperatury środowiska reakcji zwiększa szybkość reakcji ubocznych. Produkty reakcji ubocznych zanieczyszczają otrzymany wodzian chloralu do tego stopnia, że do uzyskania wodzianu chloralu czystego konieczna jest kilkakrotna kryształizacja z rozpuszczalników organicznych, która jest dość kłopotliwa i mało wydajna. Stwierdzono, że można zmniejszyć możliwość tworzenia się większych ilości zanieczyszczeń, pochodzących z reakcji ubocznych i osiągnąć produkt o dużym stopniu czystości, jeżeli pro-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Władysław Walczyk.

ces uwadniania chloralu prowadzi się w środowisku rozpuszczalników organicznych.

Według wynalazku świeżo przedestylowany znad węglanu wapnia chloral rozcieńcza się niskowrzącym rozpuszczalnikiem organicznym, np. benzenem, eterem naftowym lub mieszaniną obydwu i mieszając wkrapla stechiometryczną ilość wody, przy czym proces uwodnienia chloralu prowadzi się w temperaturze nie przekraczającej 45°C.

Przykład. Techniczny chloral destyluje się znad węglanu wapnia w ciemnym pomieszczeniu. Świeżo odebraną w temperaturze 96 — 98°C frakcję chloralu rozcieńcza się benzenem, eterem naftowym lub mieszaniną obydwu, w stosunku 1:1 wagowo do chloralu. Do mieszaniny tej wprowadza się przy ciągłym mieszaniną stechiometryczną ilość wody z dodatkiem 30% wody utlenionej, w ilości 0,2 ml na 1 kg chloralu w celu utlenienia ewentualnie obecnych śladów substancji redukujących uniemożliwiających niekiedy argentometryczną analizę jonów Cl' w wodzianie chloralu. Utrzymuje się przy tym temperaturę nie wyższą jak 45°C. Po wklepieniu całej ilości wody otrzymaną mieszaninę oziębia się do temperatury 10—15°C i odsącza powstałe kryształy wodzianu chloralu. Po przemyciu kryształów małą ilość

cią benzenu lub eteru naftowego rozkłada się je na tacach i suszy w temperaturze pokojowej w ciemnym pomieszczeniu. Otrzymany wodzian chloralu odpowiada następującym wymaganiom:

- a) zawartość wodzianu chloralu najmniej 99,5%
- b) pozostałość po prażeniu (w postaci siarczanów najwyżej 0,02%
- c) zawartość chlorków (Cl') najwyżej 0,002%
- d) zawartość metali ciężkich (Pb^{++}) najwyżej 0,0002%
- e) próbka 0,5 g wodzianu chloralu zadana 5 ml kwasu siarkowego (1,84) w temperaturze 5°C pozostaje bezbarwna, co świadczy o braku substancji łatwo zwęglających się.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania wodzianu chloralu o dużym stopniu czystości przez uwodnienie chloralu, znamieny tym, że proces uwadniania chloralu prowadzi się w niskowrzących rozpuszczalnikach organicznych w temperaturze nie przekraczającej 45°C.

Polskie Odczyrniki Chemiczne