

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

71788

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12o,16

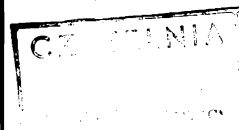
Zgłoszono: 19.09.1970 (P. 143 312)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 103/34

Zgłoszenie ogłoszono: 10.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 12.10.1974



Twórcy wynalazku: Edward Chodkowski, Jan Maćkowiak
Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych,
Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania N-dwumetyloacetamidu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania N-dwumetyloacetamidu.

N-dwumetyloacetamid jako rozpuszczalnik wysokopolarny znalazł szerokie zastosowanie w technologii wytwarzania syntetycznych włókien z poliamidów i kopoliamidów aromatycznych, jak również przy otrzymywaniu polimerów termoodpornych jak: polibenzimidazole, poli-1,3,4-oksydiazole, poli-1,3,4-tiadiazole i polibenzo-ksazole.

Znany sposób wytwarzania N-dwumetyloacetamidu polega na działaniu dwumetyloaminy na bezwodnik kwasu octowego. Wprowadzanie dwumetyloaminy do bezwodnika kwasu octowego przebiega początkowo w temperaturze 35°C, a w końcowej fazie w temperaturze 200°C pod zwiększonym ciśnieniem. W stanie osiągniętej w tych warunkach równowagi, stopień przereagowania bezwodnika kwasu octowego wynosi około 75%. Wyosobienie N-dwumetyloacetamidu z mieszaniny reakcyjnej przeprowadza się po przemianie kwasu octowego zawartego w tej mieszaninie w octan sodowy działaniem naft ługu sodowego. W tych warunkach część N-dwumetyloacetamidu ulega łatwo zmydleniu, co jest niekorzystne dla wydajności procesu. Całkowite wyosobienie N-dwumetyloacetamidu z mieszaniny reakcyjnej na drodze np. destylacji frakcyjnej jest niemożliwe, ponieważ związek ten tworzy z kwasem octowym dwuskładnikową mieszaninę azeotropową o temperaturze wrzenia 170–171°C.

Celem wynalazku jest zwiększenie wydajności procesu wytwarzania N-dwumetyloacetamidu oraz łatwe jego wyosobienie.

Cel ten osiągnięto przez wytwarzanie N-dwumetyloacetamidu sposobem według wynalazku, który polega na tym, że kwas octowy lub jego bezwodnik nasycy się dwumetyloaminą przy jednoczesnym odpędzaniu wody ze środowiska reakcji za pomocą odpowiedniego czynnika obiegowego tworzącego z wodą mieszaninę azeotropową o temperaturze wrzenia niższej od temperatury wrzenia N-dwumetyloacetamidu. Jako czynnik obiegowy stosuje się benzen, toluen, ksyleny, chlorobenzen lub inne ciekłe związki organiczne trudno rozpuszczalne w wodzie.

Otrzymaną mieszaninę reakcyjną składającą się z dwumetyloacetamidu i minimalnych ilości kwasu octowego zobojętnia się np. węglanem sodowym, a następnie po oddzieleniu powstałego octanu sodowego, pozostały N-dwumetyloacetamid wyosabia się na drodze destylacji pod normalnym ciśnieniem.

Wytwarzanie N-dwumetyloacetamidu sposobem według wynalazku, pozwala na prowadzenie reakcji z wydajnością powyżej 90% w stosunku do wydajności teoretycznej, jak również pozwala na łatwe wyosobienie N-dwumetyloacetamidu.

Przykład. Do reaktora emaliowanego zaopatrzonego w płaszcz grzejny, nasadką azeotropową połączoną z chłodnicą zwrotną, barboter i termometr wprowadza się 120 części wagowych kwasu octowego i 30 części wagowych chlorobenzenu. Wprowadzając do reaktora dwumetyloaminę podnosi się stopniowo temperaturę mieszaniny reakcyjnej do 93–95°C, w której to temperaturze woda zawarta w mieszaninie jest odpędzana do nasadki azeotropowej w postaci dwuskładnikowej mieszaniny azeotropowej. Woda w nasadce tworzy warstwę górną nad chlorobenzenem i jest odprowadzana z reakcji w sposób ciągły.

Gdy analiza pobranych z reaktora próbek wskaże stężenie kwasu octowego w mieszaninie reakcyjnej 22–30%, temperaturę podnosi się do 105°C i prowadzi reakcję przez dalsze doprowadzanie do reaktora dwumetyloaminy do czasu, aż ustanie odwarstwianie wody w nasadce azeotropowej, po czym odpędza się chlorobenzen.

W celu obniżenia strat dwumetyloaminy w końcowej fazie reakcji, niepochłoniętą w pierwszym reaktorze dwumetyloaminę wprowadza się do następnego reaktora zawierającego kwas octowy.

Otrzymaną mieszaninę reakcyjną zawierającą N-dwumetyloacetamid i około 4% kwasu octowego zadaje się 5 częściami wagowymi węglanu sodowego, a następnie oddziela powstały octan sodowy przez odsączenie na nuczycy. Pozostały N-dwumetyloacetamid poddaje się destylacji frakcyjnej odbierając frakcję główną w temperaturze 164,5–165,0°C pod normalnym ciśnieniem. Otrzymuje się N-dwumetyloacetamid z wydajnością 94% w przeliczeniu na użyty do reakcji kwas octowy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania N-dwumetyloacetamidu działaniem dwumetyloaminy na kwas octowy lub jego bezwodnik, znamienny tym, że proces nasycania kwasu octowego lub jego bezwodnika dwumetyloaminą prowadzi się przy jednoczesnym odpędzaniu wody ze środowiska reakcji za pomocą odpowiedniego czynnika obiegowego, tworzącego z wodą mieszaninę azeotropową o temperaturze wrzenia niższej od temperatury wrzenia N-dwumetyloacetamidu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako czynnik obiegowy stosuje się benzen, toluen, ksyleny, chlorobenzen lub inne ciekłe związki organiczne trudno rozpuszczalne w wodzie.