POLSKA RZECZPOSPOLITA LUDOWA

OPIS PATENTOWY

143 634

Patent dodatkowy
do patentu nr ———

Int. Cl.[4] C07C 53/16

Zgłoszono: 85 02 08 (P. 251898)

Pierwszeństwo ———

URZĄD PATENTOWY PRL

Zgłoszenie ogłoszono: 86 08 12

Opis patentowy opublikowano: 88 11 30

CZYTELNIA Urzędu Patentowego

Twórcy wynalazku: Ludomir Tokarzewski, Edward Skotnicki, Jerzy Borek, Tadeusz Sutko

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Śląski
Katowice (Polska)

Sposób odzysku czystego kwasu trójchlorooctowego, bądź jego soli w stanie stałym, z wodnych roztworów zawierających kwas azotowy

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzysku czystego kwasu trójchlorooctowego w stanie wolnym, bądź jego soli, z wodnych roztworów zawierających kwas azotowy.

Kwas trójchlorooctowy może być produkowany z kwasu ocotowego, przez bezpośrednie chlorowanie pod ciśnieniem atmosferycznym lub lepiej zwiększonym do kilku MPa albo może być wytwarzany z chloralu, na drodze utleniania go rozcieńczonym kwasem azotowym. W pierwszym przypadku produkt wykrystalizowuje się, oczyszcza przez rekrystalizację z rozpuszczalników organicznych i suszy pod próżnią, nie napotykając na większe trudności. W przypadku jednak wytwarzania kwasu trójchlorooctowego metodą drugą, przez utlenianie chloralu rozcieńczalnym kwasem azotowym, otrzymuje się wodne, 35–65% roztwory trójchlorooctowego, obok pewnych ilości nie przereagowanego kwasu azotowego. Roztwory takie stosowane bywają pod nazwą „Antyperz" w charakterze herbicytu totalnego. Wydzielenie wolnego, bezwodnego kwasu trójchlorooctowego z takich roztworów jest trudne, gdyż próby ich odparowywania prowadzą do hydrolizy grup chlorowych. To samo odnosi się do roztworów soli kwasu trójchlorooctowego. Z tego powodu nie stosowano dotąd wyodrębniania czystego, bezwodnego kwasu trójchlorooctowego lub jego soli z ługów pooksydacyjnych.

Celem wynalazku jest bezpośredni odzysk czystego kwasu trójchlorooctowego bądź jego soli z ługów pooksydacyjnych z procesu utleniania chloralu rozcieńczonym kwasem azotowym. Cel ten udało się osiągnąć stosując sposób, który jest przedmiotem niniejszego wynalazku. Sposób ten polega na tym, że domieszki kwasu azotowego zawarte w ługach pooksydacyjnych neutralizuje się za pomocą stechiometrycznych ilości sody, po czym pozostały roztwór kwasu trójchlorooctowego ekstrahuje się dwu- lub trzykrotnie z użyciem 1–3 części objętościowych toluenu. Następnie, dla otrzymania trójchlorooctanu, sodu, potasu lub wapnia, ekstrakt toluenowy, po oznaczeniu substancji suchej, zobojętnia się za pomocą stechiometrycznej ilości bezwodnego węglanu sodu, potasu lub wapnia. Ewentualnie w celu otrzymania soli amonowej, roztwór toluenowy na zimno

wysyca się gazowym amoniakiem w temperaturze 20°C lub poniżej 20°C. Po odfiltrowaniu wydzielonej soli poddaje się ją suszeniu, a toluen zawraca do ponownej ekstrakcji. Dla otrzymania natomiast wolnego kwasu trójchloroocotowego, ekstrakt toluenowy bez neutralizacji zatęża się pod ciśnieniem atmosferyzcnym lub zmniejszonym do krystalizacji bądź odparowuje do sucha, a wypary toluenowe skrapla i zawraca do obiegu.

Sposób według wynalazku jest prosty, tani i nie wymaga skomplikowanej aparatury. Umożliwia otrzymanie wolnego, bezwodnego kwasu trójchlorooctowego do syntez lub jego odnośnych soli, które mogą być wprowadzone na rynek jako 100%, bezbalastowy herbicyd.

Przykład I. 60% roztwór wodny kwasu trójchlorooctowego, zawierający kwas azotowym, poddaje się analizie dla dokładnego oznaczenia zawartości wymienionych komponentów. Następnie roztwór zadaje się ściśle obliczoną ilością sody, w celu neutralizacji tylko kwasu azotowego. Kwas azotowy jako mocniejszy od trójchlorooctowego reaguje z sodą w pierwszej kolejności. Dalej roztwór ten ekstrahuje się 3 razy z użyciem toluenu, stosując na 1 dcm^3 roztworu wodnego 3 dcm^3 toluenu. Ekstrakcja ta może być wykonana periodycznie w układzie: mieszalnik-rozdzielacz, bądź realizowana w sposób ciągły, w kolumnie ekstrakcyjnej typu skruberowego. Ekstrakt toluenowy odparowuje się. wydzielone kryształy kwasu trójchlorooctowego odfiltrowuje się i suszy w temperaturze 50–55°C, chroniąc wybitnie higroskopijny preparat od dostępu wilgoci atmosferycznej. Zregenerowany toluen zawraca się do ekstrakcji.

Przykład II. Wodny roztwór kwasu trójchlorooctowego, zawierający domieszki kwasu azotowego, traktuje się wstępnie taką ilością sody, aby zobojętnić tylko zawarty w roztworze HNO_3. Następnie wykonuje się ekstrakcję roztworu toluenem, jak to opisano w przykładzie I. Po oddzieleniu od fazy wodnej, roztwór toluenowy kwasu trójchlorooctowego miesza się energicznie z obliczoną ilością dokładnie sproszkowanej, bezwodnej sody. Towarzyszy temu wydzielanie się dwutlenku węgla, gdyż kwas trójchloroocotowy jest mocniejszy od kwasu węglowego i wypiera go z jego soli. Mieszanie kontynuuje się od czasu ustania wydzielania się CO_2. Powstający trójchlorooctan sodu jest nierozpuszczalny w fazie toluenowej. Sól tę odfiltrowuje się i suszy.

Przykład III. Roztwór touenowy kwasu trójchlorooctowego, otrzymany według opisu podanego w przykładzie I, traktuje się ściśle określoną, wynikającą z analizy ilością dokładnie sproszkowanego, bezwodnego węglanu potasu. Po ustaniu wydzielania się dwutlenku węgla, wytworzony trójchlorooctan potasu odfiltrowuje się i suszy, a toluen zawraca do obiegu.

Przykład IV. Roztwór toluenowy kwasu trójchlorooctowego, uzyskany według opisu podanego w przykładzie I, saturuje się w temperaturze 20°C lub niższej gazowym amoniakiem, w celu neutralizaji kwasu trójchlorooctowego, bez naruszenia grup chlorowych. Wydzielający się, nierozpuszczalny w fazie toluenowej osad trójchlorooctanu amonowego odfiltrowuje się i suszy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odzysku czystego kwasu trójchlorooctowego, bądź jego soli w stanie stałym z wodnym roztworów zawierających kwas azotowy, **znamienny tym**, że domieszki kwasu azotowego neutralizuje się stechiometryczną ilością sody, po czym wolny kwas trójchlorooctowy z tego roztworu ekstrahuje się dwu- lub trzykrotnie z użyciem toluenu.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że uzyskany toluenowy ekstrakt kwasu trójchlorooctowego odparowuje się pod ciśnieniem atmosferycznym lub zmniejszonym, a wypary toluenowe skrapla i zawraca do obiegu.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w celu otrzymania soli metali alkalicznych lub ziem alkalicznych kwasu trójchlorooctowego, uzyskany roztwór toluenowy miesza się do momentu zaprzestania wydzielania się dwutlenku węgla, ze ściśle obliczoną ilością dokładnie sproszkowanego, bezwodnego węglanu sodu, potasu lub wapnia.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w celu otrzymania soli amonowej kwasu trójchlorooctowego, uzyskany ekstrakt toluenowy w temperaturze 20 lub poniżej 20°C saturuje się gazowym amoniakiem, po czym odfiltrowuje się wydzielony osad trójchlorooctanu amonowego i suszy.

Pracownia Poligraficzna UP PRL. Nakład 100 egz
Cena 220 zł