



Patent dodatkowy
do patentu 49405

Zgłoszono: 03.IV.1967 (P 119 814)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.II.1969

Kl. 12 o, 17/03

MKP CO7d 49/30
C 07 c
CO7c 127/20

UKD

Współtwórcy wynalazku: dr Dominik Nowak, mgr inż. Zygmunt Hehn,
mgr inż. Czesław Kwinta

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia
Śląska (Polska)

Sposób otrzymywania wodnych roztworów dwumetyloocykloetylenomocznika

1 Przedmiotem patentu nr 49405 jest sposób otrzymywania roztworów dwumetyloocykloetylenomocznika polegający na ogrzewaniu wstępnego kondensatu monohydratu etylenodwuaminy z mocznikiem w środowisku stopionego i ograniczonego do temperatury 210—230°C, korzystnie 210—220°C cykloetylenomocznika i kondensacji z formaliną wydzielonego za pomocą destylacji próżniowej wytworzonego w czasie reakcji cykloetylenomocznika jak też cykloetylenomocznika stanowiącego 5 środowisko reakcyjne.

Destylat po ochłodzeniu do temperatury 110—120°C ulega zestaleniu, tworząc zbitą, zwartą masę, która bardzo trudno ulega rozdrobnieniu. W celu dalszej przeróbki takiego cykloetylenomocznika poddaje się go mechanicznemu rozdrabnianiu lub rozpuszczalnikowej krystalizacji mającej na celu otrzymanie materiału sypkiego. Następnie rozdrobniony, krystaliczny cykloetylenomocznik rozpuszcza się w formalinie 36% lekko ją ogrzewając i mieszając, po czym prowadzi się kondensację do dwumetyloocykloetylenomocznika w znany sposób najkorzystniej przy wartości pH = 8—9 w temperaturze 80—86° w czasie 10 minut.

Wynalazek umożliwia uproszczenie sposobu wytwarzania wodnych roztworów dwumetyloocykloetylenomocznika przez wyeliminowanie operacji, polegającej na mechanicznym rozdrabnianiu zbrylonego cykloetylenomocznika lub rozpusz-

2 czalnikowej krystalizacji prowadzonej w celu uzyskania produktu sypkiego, który następnie miesza się z formaliną.

W tym celu cykloetylenomocznik ogrzany do temperatury wyższej od jego temperatury topnienia, a więc o temperaturze 150—260°C wprost z reaktora w którym prowadzona jest jego synteza wprowadza się bezpośrednio do lekko zalkalizowanej formaliny, lub w przypadku poddawania tego produktu destylacji próżniowej, destylat z odbieralnika o temperaturze 115—200°C kieruje się wprost do formaliny.

15 Ciekły cykloetylenomocznik dozuje się do formaliny z taką szybkością, aby temperatura formaliny nie przekroczyła 86°C, po czym przeprowadza się kondensację w znany sposób, najkorzystniej przy wartości pH = 8—9 w temperaturze 80—86°C w czasie 10—60 minut w obecności 1—5% węgla aktywnego dodawanego w celu poprawienia barwy produktu.

20 Końcowy produkt poddaje się filtrowaniu. Wytworzony wodny roztwór dwumetyloocykloetylenomocznika jest klarowną bezbarwną cieczą. Apretura uzyskana przez jego zastosowanie jest odporna na pranie i działanie chloru.

25 Otrzymany w ten sposób produkt nie różni się własnościami użytkowymi od produktu wytworzonego sposobem według patentu nr 49405.

30 Przykład I. Do kolby z chłodnicą zwrotną wprowadza się 239 g monohydratu etylenodwu-

aminy i 180 g mocznika krystalicznego. Mieszaninę ogrzewa się intensywnie do temperatury 110°C w ciągu 1,5 godziny. Następnie produkt lekko schładza się do temperatury poniżej 100°C i przelewa do rozdzielacza.

Zawartość rozdzielacza wkrapla się do kolby z chłodnicą zwrotną zawierającą 50 g cykloetylenomocznika ogrzanego do temperatury 210°C. Czas wkrapiania wynosi 1–3 godzin zależnie od intensywności ogrzewania kolby. Po opróżnieniu rozdzielacza zawartość kolby ogrzewa się w czasie 15–30 minut do temperatury 260°C. Uzyskany produkt poddaje się destylacji próżniowej, a destylat o temperaturze 115°–200°C wkrapla się do 485 gramów formaliny 36% lekko zalkalizowanej za pomocą 4,9 gramów kwaśnego węgla sodu. Temperaturę formaliny utrzymuje się na poziomie 60–70°C. Po wprowadzeniu cykloetylenomocznika do formaliny dodaje się 1% węgla aktywnego pylistego i prowadzi kondensację w czasie 1 godziny w temperaturze 85°C.

Produkt po kondensacji schładza się i filtruje.

Przykład II. Do kolby wprowadza się surowce i prowadzi syntezę jak w przykładzie I do momentu uzyskania temperatury mieszaniny reakcyjnej 260°C, po czym zawartość reaktora lekko schładza się do temperatury 150°–200°C i wkrapla do 485 gramów formaliny 36% lekko zalkalizowanej za pomocą 4,9 gramów kwaśnego węgla sodu. Temperaturę formaliny utrzymuje się na poziomie 60–70°C. Dalszy tok postępowania jest identyczny jak w przykładzie I.

Przykład III. Do kolby wprowadza się surowce i prowadzi syntezę jak w przykładzie I do momentu uzyskania temperatury mieszaniny reakcyjnej 260°C, po czym zawartość reaktora o temperaturze 200–260°C, wkrapla do 485 gramów formaliny 36%, lekko zalkalizowanej za pomocą 4,9 gramów kwaśnego węgla sodu. Temperaturę formaliny utrzymuje się na poziomie 60–70°C. Dalszy tok postępowania jest identyczny jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania wodnych roztworów dwumetyloocykloetylenomocznika przez ogrzewanie wstępnego kondensatu monohydratu etylenodwuaminy z mocznikiem w środowisku stopionego, ogrzanego do temperatury 210–230°C zwiastczą 210–220°C cykloetylenomocznika i następnie kondensację z formaliną oddestylowanego w próżni cykloetylenomocznika zarówno powstałego w czasie reakcji jak też stanowiącego środowisko reakcyjne według patentu nr 49405 **znamienny tym**, że mieszaninę cykloetylenomocznika pochodzącego z reakcji i cykloetylenomocznika stanowiącego środowisko reakcyjne, w postaci ciekłej o temperaturze 150–260°C lub ciekły destylowany cykloetylenomocznik o temperaturze 115–200°C wprowadza się do lekko zalkalizowanej formaliny, z taką prędkością żeby temperatura mieszaniny reakcyjnej wynosiła poniżej 86°C, po czym kondensację prowadzi się w znany sposób.