



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

232926

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 01 02 83
(21) (PV 643-83)

(51) Int. Cl.³
C 23 C 3/00

(40) Zveřejněno 17 07 84

(45) Vydáno 15 08 86

(75)
Autor vynálezu

CÍPKOVÁ ZUZANA ing., ČAPKA MARTIN ing. CSc., HETFLÉJŠ JIŘÍ ing. DrSc.,
ŘEŘICHA ROMAN RNDr. CSc., ŠÍR ZDENEK ing., PRAHA,
VILÍM JINDŘICH ing. CSc., STŘEDOKLUKY

(54) Způsob výroby komplexující směsi pro lázně k bezproudovému
chemickému pomědování

Způsob výroby komplexující směsi pro lázně k bezproudovému chemickému pomědování, při němž se v přítomnosti vody při teplotě 60 až 110 °C ponechá reagovat ethylendiamin s přebytkem propylenoxidu a po dosažení alespoň 97 % konverze se tato reakční směs použije, aniž by bylo nutné oddělení produktu reakce od výchozích látek a vody.

Při vhodně volených podmínkách reakce lze vzniklou reakční směs použít bez úprav jako složku léčivých lázní pro bezproudové chemické pomědování, může však též nalézt uplatnění i v jiných oborech, zvláště tam, kde není na závadu přítomnost malých množství výchozích látek.

Vynález se týká způsobu výroby komplexující směsi pro lázně k bezproudovému chemickému poměšování.

Je známo, že existují lázně k bezproudovému chemickému poměšování, které jako komplexující složku obsahují hydroxyalkylalkylendiaminy (Japan Kokai 76 73 933, US patent 3 329 512) a nedávno bylo nalezeno, že stabilitu lázně a mechanické vlastnosti vyloučené mědi lze významně zlepšit přidávkou alkylenoxidu.

Dle těchto patentů byly hydroxyalkylalkylendiaminy do mědicích lázní přidávány jako chemická individua, což přípravu mědicích lázní prodražovalo, neboť hydroxyalkylalkylendiaminy jsou vysokovroucí, obtížně destilované látky, které je možné vyrobit například dle USA patentu č. 2 697 113.

Vzhledem k tomu, že malá množství alkylenoxidu mají na vlastnosti mědicí lázně příznivý vliv, lze s výhodou levněji připravit podle vynálezu směs obou žádeucích komponent lázně v podstatě tak, že se ponechá reagovat vodný roztok ethylendiaminu s přebytkem alkylenoxidu tak, aby reakce proběhla prakticky do úplné konverze a výsledná směs se použije jako součást mědicí lázně, aniž by bylo nutné oddělení produktů reakce od výchozích látek a vody. Tím se výroba velmi zlevňuje, neboť odpadá drahá dělicí operace a dále bylo zjištěno, že látky přítomné v takto připravené směsi (voda, propylenoxid) částečně hydroxypropylované ethylendiaminy, látky vznikající reakcí propylenoxidu s tetra(2-hydroxypropyl)alkylendiaminem mají příznivý vliv na vlastnosti mědicí lázně.

Tento postup podle vynálezu umožňuje, že za nalezenných podmínek dochází k téměř kvantitativní tvorbě tetra(hydroxypropyl)ethylendiaminu, takže jej není zapotřebí izolovat jako chemické individuum, neboť v reakční směsi zůstávají přítomny prakticky pouze voda a nerezgovaný přebytek alkylenoxidu, který má příznivý vliv na kvalitu mědicí lázně.

Reakci je výhodné provádět ve vodě, obvykle bývá výhodné použít 20 až 80% roztok ethylendiaminu. Poměr propylenoxidu k ethylendiaminu se řídí stechiometrií reakce. Aby bylo dosaženo velmi vysokých konverzí, je třeba používat přebytku propylenoxidu, obvykle však postačí jeho 0,1 až 10% molární přebytek, neboť vyšší než 10% přebytky propylenoxidu již vyžadují dodatečnou úpravu reakční směsi. Teplota, při které se reakce provádí se řídí požadavky na rychlost a úplnost reakce, obvykle je výhodné ji udržovat v rozmezí 60 až 110 °C, lze však pracovat i mimo naznačené rozmezí.

Při vhodně volených podmínkách reakce lze vzniklou reakční směs použít bez úprav jako složku mědicí lázně pro bezproudové chemické poměšování, může však nalézt uplatnění i v jiných oborech, zvláště tam, kde není na závalu přítomnost malých množství výchozích látek.

Dále uvedené příklady charakterizují provedení podle vynálezu, aniž by jej vymezovaly nebo omezovaly. Navážky jsou uvedeny v molárních dílech.

P ř í k l a d 1

Do reakční nádoby bylo vneseno 100 dílů ethylendiaminu ve formě 75% vodného roztoku, který byl při teplotě 105 °C ponechán zreagovat se 401 dílem propylenoxidu. Po 18 hod reakční době bylo nalezeno, že hydroxyalkylace ethylendiaminu proběhla do čtvrtého stupně s více než 97 % konverzí. Zchladlá reakční směs byla bez úprav použita jako komplexující složka mědicí lázně a ukázala se jako plnohodnotná komplexující složka.

P ř í k l a d 2

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že bylo použito 435 dílů propylenoxidu a směs byla ponechána reagovat při teplotě 62 °C po 24 hodin a bylo zjištěno, že hydroxyalkylace

ethylendiaminu do čtvrtého stupně proběhla z více jak 98% konverzí. Rovněž tato reakční směs se ukázala jako plněhodnotná komplexující složka pro léčivé lázně.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby komplexující směsi pro lázně k bezproudovému chemickému poměďování reakcí vodného roztoku ethylendiaminu s přebytkem propylenoxidu při teplotě 60 až 110 °C, vyznačený tím, že po dosažení alespoň 97 % konverze se tato reakční směs použije bez oddělení výchozích látek, reakčních produktů a vody.