

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 89571

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 03.12.73 (P. 167046)

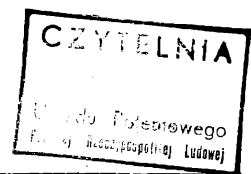
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.75

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1978

MKP C07d 55/42

Int. Cl.² C07D 251/28



Twórcy wynalazku: Mieczysław Kucharski, Witold Mazurkiewicz

Uprawniony z patentu: Politechnika Rzeszowska im. Ignacego Łukasiewicza,
Rzeszów (Polska)

Sposób otrzymywania cyjanuranu trójallilowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania cyjanuranu trójallilowego, umożliwiający wytwarzanie cyjanuranu trójallilowego o dużej czystości.

Znane dotychczas metody otrzymywania cyjanuranu trójallilowego polegają na reakcji chlorku cyjanurowego z alkoholem allilowym w wodnym roztworze silnej zasady i różnią się między sobą tylko techniką wykonywania. Pierwsza grupa metod opiera się na rozpuszczeniu lub zawieszeniu stałego wodorotlenku sodowego w alkoholu allilowym, ochłodzeniu mieszaniny do temperatury poniżej 10°C i dodawaniu chlorku cyjanurowego stałego lub rozpuszczonego w roztworze inertyjnego rozpuszczalnika. Druga zaś grupa metod polega na rozpuszczeniu chlorku cyjanurowego w alkoholu allilowym i wkraplaniu wodnego roztworu wodorotlenku alkalicznego do przechłodzonej mieszaniny, przy czym może być utrzymywana stała temperatura reakcji lub może się ona podnosić w następstwie reakcji egzotermicznej pomiędzy chlorkiem cyjanurowym, a alkoholem allilowym. W celu wyodrębnienia produktu ze środowiska póreakcyjnego mogą być stosowane rozpuszczalniki jak np. benzen, toluen, cyjanuran trójallilowy.

Wadą tych metod jest, że otrzymywany cyjanuran trójallilowy jest zanieczyszczony związkami z reakcji ubocznych. Wodne, silnie zasadowe środowisko powoduje hydrolizę chlorku cyjanurowego, która jest reakcją konkurencyjną dla reakcji otrzymywania cyjanuranu trójallilowego. Hydroliza chlorku cyjanurowego w silnie alkalicznym środowisku przebiega bardzo łatwo i powoduje tworzenie hydroksypodstawionych związków s-triazyny. W wyniku tych procesów, w reakcji obok cyjanuranu trójallilowego otrzymuje się mieszaninę podstawionych i niepodstawionych pochodnych hydroksylowych s-triazyny, które obniżają wydajnośćżądanego produktu. Kłopotliwe i wymagające operacji wtórnych jest wyodrębnianie cyjanuranu trójallilowego oraz jego oczyszczanie.

Celem wynalazku jest uniknięcie wad przytoczonych metod oraz otrzymanie cyjanuranu trójallilowego o podwyższonej czystości i z dobrą wydajnością — bez konieczności wtórnego oczyszczania.

Według wynalazku allilan sodowy otrzymany w wyniku reakcji sodu metalicznego z alkoholem allilowym zawieszają się w bezwodnym benzenie lub innym inertyjnym rozpuszczalniku organicznym, ochładzając mieszaninę do temperatury najkorzystniejszej poniżej 10°C, a następnie dodaje się do niej rozpuszczony w inertyjnym rozpuszczalniku organicznym chlorek cyjanurowy przez wkraplanie, intensywnie chłodząc mieszaninę reakcyjną celem

utrzymania jej temperatury poniżej 10°C . Po zakończeniu reakcji trwającej jeszcze dwie do trzech godzin po wprowadzeniu roztworu chlorku cyjanurowego stosuje się typowe operacje zmierzające do wydzielenia produktu z mieszaniny poreakcyjnej na drodze ekstrakcji benzenem i odparowania benzenu pod zmniejszonym ciśnieniem.

Otrzymuje się czysty cyjanuran trójallilowy bez konieczności stosowania wielu operacji wtórnych. Jako dodatkowy efekt uzyskano znaczne przyspieszenie cyklu otrzymywania gotowego produktu, biorąc pod uwagę fakt, że w opracowanym sposobie reakcje przebiegają szybciej niż w dotychczas stosowanych metodach. Również wydajność nowego sposobu jest bardzo wysoka, gdyż sięga 87–90% wobec dotychczas uzyskiwanej do 80%. Należy zaznaczyć, że proces według nowego sposobu może być prowadzony w typowej aparaturze technologicznej.

Przykład praktycznej realizacji wynalazku według nowego sposobu.

Do 29,0 g (0,5 mola) bezwodnego alkoholu allilowego dodawano porcjami 9,2 g (0,4 mola) sodu metalicznego przy silnym mieszaniu. W czasie dodawania następuje silnie egzotermiczna reakcja, powodująca wzrost temperatury do lekkiego wrzenia. Po 30 minutach sól całkowicie się rozpuścił i wytrącił się osad allilanu sodowego, który zawieszono w 50 ml bezwodnego benzenu. Zawiesinę ochłodzono do temperatury poniżej 10°C i dodawano 18,4 g (0,1 mola) chlorku cyjanurowego rozpuszczonego w 100 ml bezwodnego benzenu. Wkraplanie prowadzono przez okres 30 minut do 1 godziny przy intensywnym chłodzeniu mieszaniny reakcyjnej. Po zakończeniu wkrapłania reakcję prowadzono jeszcze przez dwie i pół godziny w temperaturze poniżej 10°C , następnie mieszaninę odwirowano, roztwór benzenowy przemyto 60 ml 5% wodnego roztworu wodorotlenku sodowego, wodą destylowaną, rozdzielono i z warstwy organicznej oddestylowano benzen pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymując 21,8–22,2 g (87–90% wydajności) bezbarwnego cyjanuranu trójallilowego.

Otrzymany cyjanuran trójallilowy posiada temperaturę topnienia $26,7^{\circ}\text{C}$ – $27,3^{\circ}\text{C}$, współczynnik załamania światła $n_D^{20} = 1,5080 - 1,5090$ oraz zawiera około 16,7% azotu oznaczonego metodą Kjeldahla.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania cyjanuranu trójallilowego, z n a m i e n n y t y m, że allilan sodowy otrzymany w wyniku reakcji sodu metalicznego z alkoholem allilowym, zawieszają w bezwodnym benzenie lub innym inertym rozpuszczalniku organicznym, ochładzając mieszaninę do temperatury najkorzystniej poniżej 10°C , a następnie dodaje się do niej rozpuszczony w inertym rozpuszczalniku organicznym chlorek cyjanurowy przez wkraplanie, intensywnie chłodząc mieszaninę reakcyjną celem utrzymania jej temperatury poniżej 10°C , zaś cyjanuran trójallilowy wyodrębnia się z mieszaniny poreakcyjnej po całkowitym przereagowaniu chlorku cyjanurowego.