

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Egz. SŁUŻBOWY
OPIS PATENTOWY **65183**

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 13.V.1968 (P 126 926)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5.V.1972

Kl. 12i, 7/18

MKP C01b 7/18

CZYTELNIKA

Urząd Patentowy
PRL

Twórca wynalazku: Andrzej Łukasiewicz

Właściciel patentu: Instytut Badań Jądrowych, Warszawa (Polska)

**Sposób selektywnego wyodrębniania kwasu jodowodorowego
z wodnych roztworów soli mineralnych zawierających aniony
jodkowe, bromkowe i chlorkowe**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób selektywnego wyodrębniania kwasu jodowodorowego z wodnych roztworów soli mineralnych zawierających aniony jodkowe, bromkowe i chlorkowe.

W licznych procesach syntezy chemicznej, między innymi w kwaternizacji amin III-rzędowych stosuje się organiczne połączenie jodu i bromu ze względu na ich reaktywność chemiczną.

Szczególnie dużą reaktywnością odznaczają się połączenia jodowe, lecz wysoka cena jodu ogranicza stosowanie jego związków w organicznej syntezie. Możliwości szerszego wykorzystania jodu uzależnione są między innymi od łatwości jego regeneracji z różnych mieszanin poreakcyjnych.

Do wytwarzania wyjściowych jodków organicznych wykorzystywanych w dalszych etapach syntezy można stosować kwas jodowodorowy lub jego sole. Zarówno w różnych mieszaninach poreakcyjnych jak i w źródłach surowcowych jod występuje przeważnie w postaci anionu jodkowego. W IV-rzędowych jodkach amoniowych otrzymywanych w reakcji kwaternizacji anion jodkowy podstawia się na ogół anionem chlorkowym.

Korzystne jest wyodrębnianie z mieszanin poreakcyjnych jak również ze źródeł surowcowych bezpośrednio kwasu jodowodorowego lub jego soli, ponieważ stwarza to możliwość użycia anionu jodkowego w cyklu kołowym w reakcjach syntezy organicznej, a przez to szerszego i ekonomiczniejszego wykorzystania jodu w syntezie chemicznej.

2

Dotychczas jednak brak jest prostych i wydajnych sposobów bezpośredniego oddzielania anionu jodkowego od innych anionów mineralnych, zwłaszcza chlorkowego i bromkowego. Zazwyczaj stosuje się sposób polegający na utlenieniu anionu jodkowego i ponownej readukcji wydzielonego i oczyszczonego jodu.

Sposób według wynalazku polega na traktowaniu wodnego roztworu soli kwasu jodowodorowego zakwaszonego innym kwasem mineralnym, na przykład solnym lub siarkowym nierozpuszczalną w wodzie alfa-/trójchlorometylo/aminą w postaci N-benzyl- α -trójchlorometylo-cykloheksyloaminy w celu wytrącenia nierozpuszczalnego w wodzie kompleksu alfa-/trójchlorowcometylo/aminy z kwasem jodowodorowym.

Wymieniona α -trójchlorometylo/amina jest bardzo słabą zasadą i nie tworzy soli z rozcieńczonym kwasem solnym lub siarkowym. Stwierdzono natomiast, że wyżej wymieniona amina tworzy nierozpuszczalne w wodzie kompleksy z kwasem jodowodorowym, które wytrącają się ilościowo przy zmieszaniu równoważnych ilości kwasu jodowodorowego i α -trójchlorometylo/aminy. W sposobie według wynalazku, w celu wytrącenia kompleksu aminy z kwasem jodowodorowym z wodnych roztworów jodków dodaje się równomolową ilość chlorowodoru aminy do obojętnego roztworu jodku lub wolną aminę do roztworu zakwaszonego równoważną ilością kwasu solnego lub siarkowego.

Chemicznie czyste kompleksy α -trójchlorometylo/aminy z kwasem jodowodorowym wytrącają się w obecności nawet wielokrotnego nadmiaru anionu bromkowego i chlorkowego. Przy użyciu do zakwaszenia roztworu większej niż równoważnikowej ilości kwasu mineralnego (solnego lub siarkowego) wytrąca się również bromowodorek α -trójchlorometylo/aminy. Chemicznie czysty kompleks α -trójchlorometylo/aminy z kwasem jodowodorowym wytrąca się również w obecności anionu siarczynowego

Kompleks kwasu jodowodorowego z α -trójchlorometylo/aminą po odsączeniu i wysuszeniu może być przechowywany przez długi okres czasu bez widocznego rozkładu. Rozłożenie kompleksu osiąga się przez wyklócenie z dwufazową mieszaniną: organiczny rozpuszczalnik — woda lub rozpuszczalnik — wodny roztwór zasady. W pierwszym przypadku uzyskuje się roztwór kwasu jodowodorowego, w drugim — wodny roztwór jodku. Z warstwy organicznej odzyskuje się wolną aminę przez odpędzenie rozpuszczalnika lub chlorowodorek aminy przez wytrącenie chlorowodorem lub ekstrakcję kwasem solnym o odpowiednim stężeniu.

Przykład. Do wodnego roztworu zawierającego 0,16 g jodku potasowego, 0,8 g bromku sodowego i 0,8 g chlorku sodowego dodano roztwór 0,34 g chlorowodoru N-benzyno- α -trójchlorometylo/cykloheksyloaminy w niewielkiej ilości 90%

alkoholu. Początkowo wytrącił się olej, który po upływie około 1 godziny całkowicie przekształcił się w krystaliczny osad jodowodoru aminy. Osad odsączono, przemyto 0,1 N kwasem solnym, następnie eterem i wysuszono pod zmniejszonym ciśnieniem.

Wydajność otrzymanego jodowodoru N-benzyno- α -trójchlorometylo/cykloheksyloaminy wynosiła 0,4 g. Produkt topił się z rozkładem w 160—161°C.

Analiza:

Znaleziono: C-39,2; H-4,5; N-3,6%; obliczono dla $C_{14}H_{19}NCl_3J$ C-38,7; H-4,35; N-3,2%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób selektywnego wyodrębniania kwasu jodowodorowego z wodnych roztworów soli mineralnych zawierających aniony jodkowe, bromkowe i chlorkowe, **znamienny tym**, że do wodnego roztworu soli wprowadza się chlorowodorek N-benzyno- α -trójchlorometylo-cykloheksyloaminy lub wolną aminę przy czym roztwór soli zakwasza się kwasem mineralnym takim jak kwas solny lub siarkowy, w ilości równoważnej względem aminy, po czym wytrącony krystaliczny kompleks kwasu jodowodorowego z aminą odsącza się i rozkłada przez traktowanie dwufazową mieszaniną woda—organiczny rozpuszczalnik lub wodnym roztworem zasady.