

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

71756

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12q 1/01

Zgłoszono: 01.06.1970 (P. 141000)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 87/30

Zgłoszenie ogłoszono: 30.12.1972

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1974

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Jan Przondo, Józef Węgrzyn, Marian Franek

Uprawniony z patentu tymczasowego: Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego
„Rokita”, Brzeg Dolny (Polska)

Sposób wyodrębniania chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego z surowego produktu reakcji trójmetyloaminy z 1,2 dwuchloroetanem

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego z surowego produktu reakcji trójmetyloaminy z 1,2 dwuchloroetanem. Chlorek 2-chloroetylotrójmetyloamoniowy ma zastosowanie jako środek regulacji wzrostu roślin.

W procesie wytwarzania chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego, na przykład według polskiego opisu patentowego nr 54649, stosuje się duży nadmiar 1,2 dwuchloroetanu. Sól amoniową wydziela się z mieszaniny poreakcyjnej, w której występuje w postaci zawiesiny, przez odsączenie pod ciśnieniem, wymycie na filtry 1,2 dwuchloroetanem od zanieczyszczających ją w małej ilości substancji smolistych i wysuszenie w podwyższonej temperaturze przy zmniejszonym ciśnieniu. Substancje smoliste nie mają istotnego wpływu na wartość użytkową produktu. Usuwa się je jednak, ponieważ zwiększają lepkość suszonej masy, co utrudnia jej mieszanie.

Przesącz oraz wykropliny 1,2 dwuchloroetanu oczyszcza się przez destylację, osusza na przykład przy pomocy suchego chlorku wapnia i używa do następnych syntez.

W procesie wydzielania soli amoniowej zużywa się średnio 25 kg 1,2 dwuchloroetanu na 100 kg produktu. Straty powstają głównie w operacjach filtracji i suszenia produktu oraz destylacji 1,2 dwuchloroetanu z odzysku, przez odparowanie do atmosfery.

Niedogodnością powyższego sposobu wydzielania są duże straty 1,2 dwuchloroetanu, obniżające wydajność produktu.

Celem wynalazku jest zmniejszenie powyższej niedogodności przez opracowanie oszczędniejszego sposobu wydzielania chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego z surowej masy poreakcyjnej.

Powyższy cel został osiągnięty w taki sposób, że do mieszaniny poreakcyjnej dodaje się wodę i otrzymany roztwór poddaje destylacji w celu oddzielenia azeotropu 1,2 dwuchloroetan-woda. Wodę dodaje się w takiej ilości, aby po odpędzeniu azeotropu otrzymać w pozostałości podestylacyjnej roztwór wodny chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego o stężeniu 60–72% wagowych. Destylację prowadzi się w temperaturze 74–80°C, początkowo przy ciśnieniu normalnym, a następnie, po odpędzeniu głównej masy azeotropu i dodaniu 0,1–1% wagowych alkanoloaminy, na przykład etanoloaminy, w stosunku do wagi roztworu, prowadzi destylację dalej przy ciśnieniu obniżonym do 150–200 mm słupa rtęci. Dodatek alkanoloaminy zabezpiecza chlorek 2-chloroetylotrójmetyloamoniowy i 1,2 dwuchloroetan przed rozkładem. Destylację przerywa się po odpędzeniu całej ilości

azeotropu. Chlorek 2-chloroetylotrójmetryloamoniowy, zawarty w pozostałości podestylacyjnej, zabezpiecza się przed rozkładem dodając 0,1–1% wagowych alfa-pinenu i 0,1–1% wagowych alkanoloaminy w stosunku do wagi roztworu i poddaje suszeniu w suszarni rozpyłowej utrzymując temperaturę wejściową powietrza suszącego 190–230°C oraz temperaturę wyjściową 102–115°C. Obecność małej ilości substancji smolistych w suszonym produkcie nie jest przeszkodą przy takim sposobie suszenia.

Otrzymuje się produkt stały, praktycznie bezwodny, o czystości 99%. Produkt ma barwę białą lub odcień kremowy oraz wyczuwalny zapach pinenu.

Stosując sposób według wynalazku, zużywa się w procesie wydzielania średnio 6 kg 1,2 dwuchloroetanu na 100 kg otrzymanego produktu.

Odzyskany z destylacji 1,2 dwuchloroetan osusza się do zawartości wody poniżej 0,12% w znany sposób, na przykład przy pomocy suchego chlorku wapnia i wykorzystuje do następnych syntez.

Pozostałość podestylacyjna w postaci wodnego roztworu, zawierającego 70% wagowych chlorku 2-chloroetylotrójmetryloamoniowego, może stanowić również postać handlową produktu, ponieważ mała zawartość substancji smolistych praktycznie nie obniża jego wartości użytkowej.

P r z y k ł a d. Do kolby próżniowej wyposażonej w chłodnicę, termometr i odbieralnik daje się 2320 g surowego produktu, zawierającego 700 g chlorku 2-chloroetylotrójmetryloamoniowego i 1620 g 1,2 dwuchloroetanu. Dodaje się 480 g wody i poddaje destylacji przy normalnym ciśnieniu, w temperaturze 74–77°C. Po oddzieleniu głównej ilości azeotropu 1,2 dwuchloroetanu, temperatura zaczyna wzrastać. Wtedy dodaje się do kolby 1,5 g monoetanoloaminy i prowadzi destylację dalej przy ciśnieniu obniżonym do 150–200 mm słupa rtęci, aż w destylacie nie stwierdzi się obecności 1,2 dwuchloroetanu. W ciągu całej destylacji przestrzeg się, aby temperatura nie przekroczyła 80°C.

Otrzymuje się 1740 g destylatu, zawierającego 1580 g 1,2 dwuchloroetanu oraz 1020 g pozostałości podestylacyjnej. Do pozostałości dodaje się 1,5 g monoetanoloaminy oraz 5 g alfa-pinenu i otrzymany roztwór suszy się w suszarni rozpyłowej, utrzymując temperaturę wyjściową 102–115°C.

Otrzymuje się 690 g suchego chlorku 2-chloroetylotrójmetryloamoniowego o czystości 99,5%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyodrębniania chlorku 2-chloroetylotrójmetryloamoniowego z surowego produktu reakcji trójmetryloaminy z 1,2-dwuchloroetanem, znamienny tym, że do surowego produktu dodaje się dobraną ilość wody i uzyskany roztwór poddaje azeotropowej destylacji w temperaturze 74–80°C początkowo pod ciśnieniem normalnym a następnie, po dodaniu małej ilości alkanoloaminy, pod ciśnieniem obniżonym do 150–200 mm słupa rtęci, zaś pozostałość podestylacyjną, po dodaniu do niej małych ilości alkanoloaminy i alfa-pinenu, poddaje suszeniu w suszarni rozpyłowej w temperaturze wejściowej suszącego powietrza 190–230°C i wyjściowej 102–115°C.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do surowego produktu dodaje się wodę w takiej ilości, aby po odpędzeniu azeotropu 1,2 dwuchloroetan – woda, stężenie chlorku 2-chloroetylotrójmetryloamoniowego w pozostałości podestylacyjnej wynosiło 60–72% wagowych.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że po odpędzeniu głównej masy azeotropu, przed obniżeniem ciśnienia destylacji, dodaje się do destylowanego roztworu 0,1–1% wagowych alkanoloaminy zaś do pozostałości podestylacyjnej, przed rozpoczęciem suszenia, 0,1–1% wagowych alfa pinenu i 0,1–1% wagowych alkanoloaminy w stosunku do wagi roztworów do których są dodawane.