

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

53333

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 25.III.1965 (P 108 073)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.VI.1967

Kl 12 q, 1/02

MKP C 07 c

87/30

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Ryszard Wilgocki, mgr Lesław Miś-
niakiewicz, mgr Janusz Sak

Właściciel patentu: Chemiczna Spółdzielnia Pracy „Permedia”, Lublin
(Polska)

Sposób wytwarzania chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego.

Według znanej metody (N. E. Tolbert, J. Biol. Chem., 235, 475, 1960) chlorek 2-chloroetylotrójmetyloamoniowy otrzymuje się działaniem 1,2-dwuchloroetanu na trójmetyloaminę, przy czym reakcję prowadzi się w temperaturze 80—95°C w środowisku etanolu. Według innej znanej metody (Fränkel, Nussbaum, Biol. Z. 182, 425, 1960) produkt ten otrzymuje się przez reakcję trójmetyloaminy z chlorem etylenu w temperaturze pokojowej również w środowisku etanolu.

Wadą tych sposobów jest bardzo mała wydajność, która po przekrystalizowaniu produktu nie przekracza 40% w przeliczeniu na trójmetyloaminę.

Stwierdzono, że można w sposób prosty i bardziej ekonomiczny otrzymać chlorek 2-chloroetylotrójmetyloamoniowy, jeżeli sposobem według wynalazku 1,2-dwuchloroetan wprowadzi się w temperaturze 20—60°C bezpośrednio w reakcję z trójmetyloaminą i w stosunku do niej w ilości większej od stechiometrycznej lub w ilości stechiometrycznej w obecności cieczy inercyjnych, nie rozpuszczających chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego. Jako cieczy inercyjne stosuje się toluen, ksylen, benzen, chloroform itp. W wyniku reakcji z roztworu wypadają kryształy chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego.

Wydajność produktu wynosi 95% w przeliczeniu na wolną trójmetyloaminę.

2

Przykład I. Do kolby szklanej z bocznym tubusem o pojemności 2 litrów zaopatrzonej w wkraplacz oraz chłodnicę zwrotną, wsypuje się 178,6 g chlorowodoru trójmetyloaminy zawierającego 100 g wolnej trójmetyloaminy. Następnie przez wkraplacz dozuje się powoli 270 g 30% roztworu wodorotlenku sodu. Wydzielającą się początkowo na zimno, a następnie po podgrzaniu zawartości kolby, wolną trójmetyloaminę odpro-
wadza się poprzez chłodnicę zwrotną do płuczki szklanej z dnem porowatym, zawierającej 663 g 1,2-dwuchloroetanu.

Po zakończeniu absorpcji trójmetyloaminy, odłącza się płuczkę, zawartość jej przelewa do zamkniętego szklanego naczynia i pozostawia do krystalizacji. Po wydzieleniu kryształów odsącza się chlorek 2-chloroetylotrójmetyloamoniowy, a przesącz zawierający nadmiar 1,2-dwuchloroetanu zwraca do następnej syntezy. Wydajność uzyskanego produktu wynosi około 250 g, co stanowi około 95% wydajności w przeliczeniu na trójmetyloaminę.

Przykład II. Do naczynia o pojemności 800 ml zawierającego 99 g 1,2-dwuchloroetanu oraz 300 g bezwodnego benzenu wprowadza się w temperaturze otoczenia 59 g bezwodnej trójmetyloaminy i pozostawia na okres kilku dni w celu zakończenia przebiegu syntezy i wydzielenia kryształów. Otrzymany produkt oddziela się od cieczy

i suszy w temperaturze 90—110°C. Wydajność kry-
stalicznego produktu wynosi 145—150 g.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania chlorku 2-chloroetylotrój-
metyloamoniowego przez działanie 1,2-dwuchlo-
roetanu na trójmetyloaminę, **znamienny tym**,
że 1,2-dwuchloroetan wprowadza się w tem-

5

10

peraturze 20—60°C bezpośrednio w reakcję
z trójmetyloaminą w ilości większej od stechio-
metrycznej lub w ilości stechiometrycznej w
obecności cieczy inercyjnych, nierozpuszczają-
cych chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowe-
go.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ja-
ko cieczy inercyjne stosuje się toluen, ksylen,
benzen, chloroform itp.