

ROMANIA OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	BREVET DE INVENȚIE ⁽¹⁹⁾ RO ⁽¹¹⁾ 104654 (12) DESCRIEREA INVENȚIEI	
(21) Cerere de brevet nr: 140763 (22) Data înregistrării: 12.07.89 (61) Complementară la invenția brevet nr: (45) Data publicării: 20.09.94	(51) Int. Cl. ⁴ : C 07 F 9/02	
(86) Cerere internațională (PCT) nr: data: (87) Publicarea cererii internaționale nr: data: (89)	(30) Prioritate: (32) Data: (33) Țara: (31) Certificat nr:	
(71) Solicitant: Centrul de Cercetări pentru Îngrășăminte Chimice, Craiova (73) Titular: Combinatul Chimic, Craiova (72) Inventator: Ing. Ivanuș Lucian, Ing. Docea Ion, Ing. Gherghe Dănuța, ing. Mocioacă Gabriela, Bălțeanu Aurelia, Crăciun Mirescu Teodora, Craiova		

(54) Procedeu de obținere a trietilfosfatului

(57) Rezumat

Invenția se referă la un procedeu de obținere a trietilfosfatului, fără utilizarea solvenților, cu posibilități reduse de formare a produselor secundare de scindare.

Procedeul se caracterizează printr-o durată relativ scurtă de desfășurare a reacției, fiind simplu și economic.

Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a trietilfosfatului, prin reacția oxiclurării de fosfor cu etanol.

Deși metoda este cunoscută, literatura de specialitate prezintă dificultățile întâmpinate în obținerea unor randamente acceptabile.

Se cunoaște procedeul de obținere a trietilfosfatului, prin reacția dintre oxiclorigura de fosfor și etanol la temperaturi joase. Datorită duratei mari a procesului, mai multe procedee au fost elaborate în sensul aplicării presiunii reduse la sfârșitul sau în tot decursul reacției, pentru îndepărtarea acidului clorhidric și reducerea duratei.

Alte metode indică adăugarea unei cantități reduse de triclorură de fosfor cu efect favorabil asupra scurtării duratei.

Se cunoaște, de asemenea, un procedeu care utilizează un solvent în care acidul clorhidric este relativ insolubil.

Acest procedeu prezintă o serie de dezavantaje, ca: durată mare a procesului, consumuri specifice ridicate, formarea, alături de produsul principal, a unor produse secundare, rezultate prin scindarea trietilfosfatului de către acidul clorhidric degajat din reacție.

Literatura de specialitate, indică și alte procedee de obținere a trietilfosfatului, dar numai o mică parte din acestea se pretează pentru aplicarea industrială, ele având tehnologii complicate, prin operații de recuperare a solvenților organici, consumuri energetice ridicate etc.

Scopul invenției este elaborarea unui procedeu de obținere a trietilfosfatului, cu randament mărit.

Problema pe care o rezolvă invenția de față constă în găsirea unor condiții de lucru optime.

Invenția de față înlătură dezavantajele de mai sus, prin aceea că se efectuează reacția la temperatura de $-5...0^{\circ}\text{C}$, sub agitare, la un raport molar oxiclorigură de fosfor / etanol, $1/3,2...1/4,5$, acidul clorhidric fiind stripat continuu cu gaz inert, cu debite între 4 și $50 \text{ Nm}^3/\text{h}$. Kmole, urmată de o perfectare a reacției timp

de $6...8 \text{ h}$, la temperatura de $20...25^{\circ}\text{C}$, de asemenea, sub stripare de gaz inert, urmată de neutralizarea acidului clorhidric rezidual.

Se dau în continuare două exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un reactor emailat antiacid, prevăzut cu agitare și manta de răcire, se introduc $19,32 \text{ kg}$ etanol. Sub agitare, menținând temperatura masei de reacție între $-2...0^{\circ}\text{C}$, se dozează, în porțiuni mici, $15,35 \text{ kg}$ oxiclorigură de fosfor, stripând continuu acidul clorhidric, cu gaz inert, cu un debit de $4...40 \text{ Nm}^3/\text{h}$; Kmole.

Raportul molar oxiclorigură de fosfor/etanol utilizat a fost de $1/4,2$. Reacția se perfectează continuu timp de 6 h , la temperatura de 20°C , sub agitare și stripare cu gaz inert.

Dim masa de reacție se îndepărtează. În final, acidul clorhidric rezidual prin neutralizare. Sarea formată se îndepărtează prin filtrare, iar masa de reacție se supune unei distilări la presiune redusă de $5...15 \text{ mm Hg}$, când se obține trietilfosfat cu un randament de $75...80\%$.

Exemplul 2. În aceeași instalație, se introduc $20,7 \text{ kg}$ etanol cu maximum $0,1\%$ apă și sub agitare, menținând temperatura masei de reacție între $-5...0^{\circ}\text{C}$, se dozează, în porțiuni mici, $15,35 \text{ kg}$ oxiclorigură de fosfor, acidul clorhidric fiind stripat continuu cu gaz inert cu un debit de $4...50 \text{ Nm}^3/\text{h}$; Kmole. Raportul molar oxiclorigură de fosfor / etanol utilizat a fost de $1/4,5$.

Reacția se perfectează timp de 8 h la temperatura de 25°C , sub agitare și stripare de gaz inert.

Masa de reacție se prelucrează în continuare ca în exemplul 1. Se obține trietilfosfat cu un randament de $78...85\%$.

Conform invenției, în scopul reducerii posibilității apariției produselor secundare de scindare, se evită folosirea de solvenți organici, oxiclorigura de fosfor introducându-se în reacție, treptat, la temperaturi cuprinse între $-5...0^{\circ}\text{C}$, sub stripare continuă cu gaz inert și sub

puternică agitare. În reacție se utilizează etanol cu maximum 0,1%. Reacția se perfectează sub agitare și stripare timp de 6...8 h, la temperatura de 20...25°C. Masa de reacție se prelucrează prin neutralizare, filtrarea sărurilor și distilare la presiune redusă, când se obține trietilfosfat cu randament de circa 72...85%.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- are o tehnologie considerabil simplificată, evitând folosirea de solvenți organici, excesul de etanol jucând rolul solventului;

- necesită consum energetic sensibil redus, fiind evitat efortul de recuperare a solvenților;

- se obține un randament mărit.

Revendicare

5 Procedeul de obținere a trietilfosfa-
tului, prin reacția dintre oxiclorigura de
fosfor și etanol, caracterizat prin aceea
10 că, în scopul reducerii posibilităților de
formare a produselor secundare de scin-
dare, datorită acidului clorhidric degajat
din reacție, se efectuează reacția la tem-
peratura de -5...0°C, la un raport molar
oxiclorigura de fosfor / etanol, 1/3,2...1/4,5,
acidul clorhidric fiind stripat continuu cu
15 gaz inert, cu debite între 4 și 50 Nm³/h.
Kmol, urmată de perfectarea reacției
timp de 6...8 h, la temperatura de 20...25°C,
de asemenea, sub stripare de gaz inert,
urmată de neutralizarea acidului clorhi-
dric rezidual.

(56)Referințe bibliografice

Brevet RO nr. 86663

Brevete SUA nr. 2536048; 2602475

D. Purdela, R. Vilcean, *Chimia compușilor organici ai fosforului*, Editura Academiei, RO, 1965

Președintele comisiei de invenții: ing. Panin Elena

Examinator: chim. Novac Maria