



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43399

Kl. 12 o, 5/09

Starogardzkie Zakłady Farmaceutyczne *)

CO7c 41/00

Starogard Gdański, Polska

Sposób wytwarzania α , β -dwuchloroetylometyloeteru

Patent trwa od dnia 17 listopada 1959 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymania α , β -dwuchloroetylometyloeteru — jednego z półproduktów stosowanych do syntezy sulfazolu.

Dwuchloroetylometyloeter można otrzymać kilkoma sposobami, między innymi przez chlorowanie półacetalu metylowego aldehydu octowego.

Znany jest sposób, według którego równoważnikową ilość aldehydu octowego wkrapla się do metanolu w temperaturze nie przekraczającej -10°C , a otrzymany półacetal chloruje się w temperaturze do 20°C . Aparatura składa się z pięciu ułożonych kaskadowo rur szklanych. Półacetal wkrapla się ciągle tylko do pierwszej rury. Każda rura jest zaopatrzona w rurki chłodzące z solanką oraz barbotery chlorowe. Chlorowanie odbywa się w czasie przepływu

przez poszczególne rury. Temperatura w rurach stopniowo wzrasta od 0 do 20°C . Z ostatniej rury spływa mieszanina dwuchloroeteru surowego i kwasu, przy czym po rozdzieleniu się tej mieszaniny kwas odrzuca się, a dwuchloroeter poddaje destylacji próżniowej.

Ten znany sposób wykazuje jednak w praktyce szereg wad, mianowicie stosowanie ciekłego chloru w warunkach prowadzenia procesu jest niebezpieczne, ponieważ mieszanina reakcyjna łatwo wybucha, a poza tym sposób ten nie zapewnia otrzymywania produktu z dobrą wydajnością ze względu na konieczność stosowania destylacji próżniowej, dającej 10 — 13% strat.

Sposób według wynalazku usuwa wspomniane wady i umożliwia otrzymywanie α , β -dwuchloroetylometyloeteru z wydajnością rzędu 90%. Według wynalazku wkrapla się aldehyd octowy do mieszaniny metanolu i kwasu solnego uzyskanego z poprzedniej szarży i tak otrzymaną mieszaninę poddaje się chlorowaniu

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Leonard Misiewicz i inż. Adam Godzik.

Przykład. Do zbiornika zopatrzonego w pompę cyrkulacyjną wprowadza się około 6 części wagowych kwasu solnego, odpadowego z poprzedniego chlorowania oraz 3 części wagowe metanolu. Po włączeniu pompy cyrkulacyjnej dozjuje się dopływ aldehydu octowego tak, aby nie przekroczyć temperatury 16° C. Po dodaniu 4 części wagowych aldehydu otwiera się dopływ chloru ciekłego do pompy tak, aby utrzymać temperaturę 16° C. Po uzyskaniu gęstości 1.22 – 1.24 przerywa się dozowanie chloru oraz chłodzenie. Po wyłączeniu pompy

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania α , β -dwuchloroetylo-metyloeteru przez chlorowanie półacetalu metylowego aldehydu octowego, znamienny tym, że chlorowaniu poddaje się mieszaninę otrzymaną przez wkroplenie aldehydu octowego do mieszaniny metanolu i kwasu solnego, przy czym proces chlorowania prowadzi się w temperaturze nie przekraczającej 16° C.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako czynnik chlorujący stosuje się chlor ciekły.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że aldehyd octowy i chlor wprowadza się do układu poprzez pompę cyrkulacyjną.

Zakłady Farmaceutyczne
Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek,
rzecznik patentowy