

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47337

Kl. 12 q, 12
Kl. internat. C 07 c

Pabianickie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa“*)

109/02

MS

Pabianice, Polska

Sposób wytwarzania roztworów wodzianu hydrazyny lub mieszaniny wodzianu hydrazyny z hydrazyną

Patent trwa od dnia 20 listopada 1961 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania roztworów wodzianu hydrazyny lub mieszaniny wodzianu hydrazyny z hydrazyną w rozpuszczalnikach mieszających się z wodą.

Podane w literaturze sposoby wytwarzania wodzianu hydrazyny polegają na działaniu na sole nieorganiczne hydrazyny alkaliami, wydestylowaniu z tak otrzymanej mieszaniny rozcieńczonego wodnego roztworu wodzianu hydrazyny i zateżaniu przy użyciu kolumn rektyfikacyjnych, przez destylację przy użyciu środków odciągających wodę, takich jak: wodorotlenek potasu, wodorotlenek sodu, tlenek wapnia i tlenek baru lub przez zateżanie na drodze azeotropowego oddestylowania wody z rozpuszczalnikami organicznymi np. z toulenem, ksylenem, benzenem.

Znana jest także metoda otrzymywania hydrazyny przez działanie na sole nieorganiczne hydrazyny ciekłym amoniakiem w temperaturze -33°C . W stosowanym nadmiarze ciekłego amoniaku rozpuszcza się hydrazyna, a nierozpuszczalny siarczan amonowy oddziela się przez odsączenie lub dekantację. Z roztworu po odsączeniu siarczanu amonowego, odparowuje się amoniak, uzyskując w ten sposób bezwodną hydrazynę.

Podane wyżej sposoby zateżania wodzianu hydrazyny wymagają prowadzenia wielu operacji technologicznych w podwyższonej temperaturze, która ze względu na znane wybuchowe właściwości hydrazyny i jej wodzianu stwarza niebezpieczne warunki pracy.

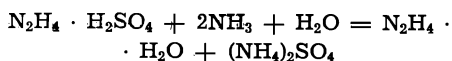
*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są: Stefan Łabędzki i Helena Józwiak

Sposób otrzymywania hydrazyny przy użyciu ciekłego amoniaku jest również bardzo skomplikowany do zastosowania w przemyśle ze względu na aparaty i urządzenia.

Wodzian hydrazyny stosowany jest w szeregu syntez organicznych w postaci roztworów w rozpuszczalnikach mieszających się z wodą.

Stwierdzono, że można otrzymywać wodzian hydrazyny lub wodzian hydrazyny i hydrazyny w postaci roztworów w rozpuszczalnikach mieszających się z wodą przez działanie na mieszaninę soli nieorganicznej hydrazyny, wody i rozpuszczalnika mieszającego się z wodą, gazowym amoniakiem, a następnie oddzielenie wydzielających się soli amonowych kwasów nieorganicznych, nierozpuszczalnych w środowisku reakcji.

W sposobie według wynalazku przygotowuje się mieszaninę soli nieorganicznej hydrazyny np. siarczanu hydrazyny oraz rozpuszczalnika mieszającego się z wodą np. alkoholu etylowego i wody i przy stałym mieszanii przez tą mieszaninę przepuszcza się gazowy amoniak. Reakcja przebiega według równania



Siarczan amonowy jest nierozpuszczalny w środowisku reakcji i wytrąca się w postaci osadu. Osad ten odsąca się. W roztworze rozpuszczalnika mieszającego się z wodą pozostaje wodzian hydrazyny. W zależności od ilości wody wprowadzonej do reakcji otrzymuje się bądź roztwór wodzianu hydrazyny bądź roztwór mieszaniny wodzianu hydrazyny i hydrazyny.

Wynalazek umożliwia otrzymanie w prosty i całkowicie bezpieczny sposób roztworów wodzianu hydrazyny lub wodzianu hydrazyny i hydrazyny w rozpuszczalnikach mieszających się z wodą, z dużą wydajnością. Otrzymane roztwory bez żadnych dodatkowych operacji mogą być stosowane do różnych reakcji chemicznych.

Przykład I. Do kolby zaopatrzonej w mieszadło, chłodnicę zwrotną i termometr ładuje się 260 g siarczanu hydrazyny, 260 ml etanolu bezwodnego, 140 ml przesącza etanolowego z

przemycia siarczanu amonowego i 36 ml wody destylowanej.

Przy stałym mieszanii przez kolbę przepuszcza się gazowy amoniak. Temperatura masy reakcyjnej nie powinna przekraczać 40°C. Po trzech godzinach reakcję przerywa się. Po ochłodzeniu zawartości kolby do temperatury około 15°C odsąca się wytrącony osad i przemycia 150 ml etanolu bezwodnego. Otrzymuje się około 440 ml alkoholowego roztworu wodzianu hydrazyny o stężeniu 200–210 g wodzianu hydrazyny w litrze roztworu. Wydajność reakcji 88–92% wydajności teoretycznej w przeliczeniu na użyty siarczan hydrazyny.

Przykład II. Reakcję prowadzi się analogicznie jak w przykładzie I dodając jednak mniej wody. Otrzymuje się mieszaninę wodzianu hydrazyny i hydrazyny w postaci roztworu w alkoholu etylowym.

Przykład III. Reakcję prowadzi się analogicznie jak w przykładzie I dodając większą niż w przykładzie I ilość wody. Otrzymuje się roztwór wodzianu hydrazyny w mieszaninie alkoholu etylowego i wody.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania roztworów wodzianu hydrazyny lub mieszaniny wodzianu hydrazyny z hydrazyną przez reakcję nieorganicznej soli hydrazyny z amoniakiem, znamienny tym, że na sól nieorganiczną hydrazyny w obecności rozpuszczalnika mieszającego się z wodą i wody działa się gazowym amoniakiem, przy czym w zależności od ilości dodawanej wody otrzymuje się roztwór wodzianu hydrazyny lub roztwór mieszaniny wodzianu hydrazyny i hydrazyny w rozpuszczalniku mieszającym się z wodą lub roztwór wodzianu hydrazyny w mieszaninie rozpuszczalnika mieszającego się z wodą i wody.

Pabianickie
Zakłady Farmaceutyczne
„Polfa”