

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

O P I S P A T E N T O W Y P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

70 359

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12o, 23/03

Zgłoszono: 05.07.1971 (P. 149 252)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 153/05

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 06.05.1974

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
w Warszawie

Twórcy wynalazku: Tadeusz Jaworski, Jacek Terpiński, Jergijusz Goryanowicz
Uprawniony z patentu tymczasowego: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe
„Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania tioacetamidu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania tioacetamidu stosowanego między innymi w analizie chemicznej do ilościowego wytrącania metali ciężkich.

Znanych jest kilka sposobów wytwarzania tioacetamidu. Jeden z nich polega na reakcji acetamidu z pięciosiarczkiem fosforu w roztworze benzenowym, następnie wyekstrahowaniu powstałego tioacetamidu z mieszaniny reakcyjnej dużą ilością benzenu. Wadami tego sposobu są bardzo niskie wydajności (sięgające zaledwie 35%), konieczność operowania dużymi ilościami rozpuszczalników organicznych oraz duża ilość produktów odpadowych. Inne znane sposoby wymagają podwyższonej temperatury i wysokiego ciśnienia. Przykładowo, można otrzymać tioacetamid przez ogrzewanie w temperaturze 240°C acetamidu z siarczkiem glinu w autoklawie lub przepuszczanie mieszaniny par acetonitrylu z siarkowodorem, w stosunku 4 : 1, nad katalizatorem $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ w temperaturze 260°C pod wysokim ciśnieniem. Sposoby te są mało przydatne ze względu na konieczność stosowania podwyższonej temperatury oraz wysokiego ciśnienia, co wymaga przede wszystkim specjalnej aparatury.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu pozwalającego na otrzymanie tioacetamidu z dobrą wydajnością i czystością, bez konieczności stosowania podwyższonej temperatury oraz wysokiego ciśnienia.

Według wynalazku cel ten osiąga się wysycając siarkowodorem w temperaturze otoczenia acetonitryl, w którym roztworzono co najmniej 0,05% wagowych katalizatora w postaci amoniaku, amin lub mieszaniny amin, korzystnie rozpuszczonych w rozpuszczalniku organicznym nie wchodzącym w reakcję zarówno z substratami, jak i produktem reakcji.

Zaletą sposobu według wynalazku jest otrzymanie tioacetamidu z wydajnością sięgającą 92%, w stosunku do ilości użytego acetonitrylu, bez konieczności stosowania podwyższonej temperatury i wysokiego ciśnienia, co pozwala również na bezpieczne prowadzenie procesu w prostej aparaturze. Stosowanie rozpuszczalników organicznych ułatwia wydzielenie produktu, który oddziela się w znany sposób, a roztwór zawierający rozpuszczalnik, jak i rozpuszczony w nim katalizator, ze względu na minimalne zanieczyszczenie, stosuje się w następnej szarży produkcyjnej, po uzupełnieniu acetonitrylem.

Przykład I. W 2 l kolbie trójszyjnej zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne, rurkę doprowadzającą H_2S do dna kolby i chłodnicę zwrotną umieszcza się 275 g acetonitrylu, 51 g trójetiloaminy i 440 g benzenu. Do

intensywnie mieszanej zawartości kolby wprowadza się przez rurkę siarkowodór do czasu przereagowania acetonitrylu. Wydzielające się w czasie reakcji kryształy tioacetamidu oddziela się od roztworu i przemywa benzenem. Otrzymuje się 464 g surowego produktu, co stanowi 92% wydajności. Produkt ma temperaturę topnienia 111–115°C. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z alkoholu etylowego otrzymując produkt o temperaturze topnienia 113–115°C. Przesącz, po uzupełnieniu acetonitrylem, używa się do następnej reakcji.

Przykład II. W aparaturze, jak w przykładzie I umieszcza się 275 g acetonitrylu, 50 g trójetiloaminy i 100 g pirydyny. Podczas mieszania zawartości naczynia przepuszcza się siarkowodór aż do całkowitego przereagowania acetonitrylu. Wydzielone kryształy tioacetamidu oddziela się od roztworu i krystalizuje z alkoholu etylowego. Po dwukrotnej krystalizacji otrzymuje się produkt o temperaturze topnienia 113–115°C.

Przykład III. W aparaturze, jak w przykładzie I umieszcza się 700 g acetonitrylu i 25 ml 25% wody amoniakalnej. Zawartość kolby wysyca się siarkowodorem przez 250 godzin, następnie oddestylowuje pod zmniejszonym ciśnieniem nieprzereagowany acetonitryl i wodę. Produkt, po dwukrotnej krystalizacji z alkoholu etylowego, ma temperaturę topnienia 113–115°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania tioacetamidu z acetonitrylu i siarkowodoru w obecności katalizatorów, znamienny tym, że acetonitryl z dodatkiem co najmniej 0,05% wagowych amoniaku, aminy lub mieszaniny amin, korzystnie rozpuszczony w rozpuszczalniku organicznym, nie wchodzącym w reakcję zarówno z substratami, jak i produktem reakcji, wysyca się siarkowodorem w temperaturze otoczenia, po czym wydzielone kryształy produktu oddziela się w znany sposób, a roztwór, po uzupełnieniu acetonitrylem, stosuje się w następnym cyklu produkcyjnym.