

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62529

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 p, 3

Zgłoszono: 21.IX.1967 (P 122 673)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 d, 87/22

Opublikowano: 31.III.1971

UKD

Twórca wynalazku: Stanisław Bogdał

Właściciel patentu: Politechnika Wrocławska (Instytut Chemii
Organicznej i Fizycznej), Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania morfoliny z dwuetanoloaminy

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania morfoliny z dwuetanoloaminy w środowisku kwasu solnego.

Dotychczas znanych jest szereg metod otrzymywania morfoliny z dwuetanoloaminy. Pierwsze próby w tym kierunku polegające na ogrzewaniu przez 8 godzin dwuetanoloaminy z nadmiarem stężonego kwasu solnego w zatopionych rurach szklanych w temperaturze 130°C przeprowadził Knorr w roku 1889. W ślad za tym przeprowadzono próby cyklizacji dwuetanoloaminy w obecności dużego nadmiaru 70% kwasu siarkowego w temperaturze 160—170°C. Metody te mają tylko znaczenie naukowe i nie znajdują szerszego znaczenia praktycznego ze względu na małą wydajność morfoliny. Prócz tego metoda pierwsza ma wyłącznie zastosowanie laboratoryjne ze względu na trudności w znalezieniu tworzywa konstrukcyjnego wytrzymałego na odpowiednie ciśnienie i jednocześnie odpornego na działanie stężonego kwasu solnego. Ze wzrostem znaczenia praktycznego morfoliny udoskonalono metody jej otrzymywania.

Istotą tych udoskonaleń stosowanych przez Polarda i Hamptona było ogrzewanie chlorowodoru dwuetanoloaminy w temperaturze 200—210°C, lub działanie na dwuetanoloaminę nadmiarem stężonego kwasu siarkowego albo 20% oleum w temperaturze 200—230°C. Pierwsza modyfikacja daje morfolinę z wydajnością 65% przy 15 go-

2

dzinnym czasie ogrzewania. W następnych dla uzyskania w krótkim czasie (1,5 godziny) 90% wydajności morfoliny konieczne jest stosowanie dużego nadmiaru stężonego kwasu siarkowego lub oleum, oraz wodorotlenku sodu potrzebnego do wyparcia morfoliny z masy reakcyjnej. Powoduje to z kolei powstawanie poważnych ilości szkodliwych ścieków.

Celem wynalazku jest szybki i wydajny sposób otrzymywania morfoliny w obecności kwasu solnego z ograniczeniem do minimum użycia surowców pomocniczych.

Cel ten został osiągnięty przez prowadzenie syntezy morfoliny z dwuetanoloaminy w temperaturze 180—200°C przy ciśnieniu normalnym przy ciągłym przepływie przez masę reakcyjną, którą stanowi chlorowodorek dwuetanoloaminy, małych ilości kwasu solnego lub gazowego chlorowodoru. Po zakończeniu reakcji, mieszaninę poreakcyjną alkaliczuje się i wydziela morfolinę w znany sposób.

Przepływający przez masę reakcyjną kwas solny jest odbierany i może być zwracany do obiegu względnie zużywany do zobojętnienia następnej partii dwuetanoloaminy. Dzięki zastosowaniu ciągłego przepływu przez chlorowodorek dwuetanoloaminy małych ilości kwasu solnego lub gazowego chlorowodoru w podanym zakresie temperatur następuje bardzo poważne przyśpieszenie cyklizacji chlorowodoru dwuetanoloaminy. Stąd

sposób według wynalazku, w odniesieniu do metody Knorra oraz Polarda i Hamptona jest sposobem szybkim i wydajnym. Prócz tego w odniesieniu do metody Knorra jest sposobem bezciśnieniowym, dzięki czemu może znaleźć szerokie zastosowanie praktyczne.

Zasadnicze korzyści techniczne wynikające ze stosowania sposobu według wynalazku polegają na znacznym zwiększeniu wydajności otrzymywania morfoliny przy jednoczesnym małym zużyciu surowców pomocniczych oraz na prowadzeniu procesu przy ciśnieniu normalnym co pozwala na wyeliminowanie skomplikowanej aparatury ciśnieniowej.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładzie wykonania.

Przykład. Do reaktora zaopatrzonego w urządzenie grzejne i chłodnicę połączoną z odbieralnikiem posiadającym zamknięcie hydrauliczne wprowadza się w sposób ciągły 100 g dwuetanoloaminy i 97 g 36% kwasu solnego. Następnie masę reakcyjną ogrzewa się do temperatury 195°C

i w zakresie temperatur 195—200°C w sposób ciągły przepuszcza się przez nią 36% kwas solny z szybkością 1 ml/min. Po 1,5 godzinnym ogrzewaniu produkt wprowadza się do neutralizatora i zobojętnia 204 g — 22% roztworu wodorotlenku sodu. Następnie w znany sposób wydziela się morfolinę z alkalicznego roztworu chlorku sodu. Zebrany w odbieralniku kwas solny używa się do zobojętniania następnej partii dwuetanoloaminy, względnie w trakcie procesu zawracany jest do obiegu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania morfoliny z dwuetanoloaminy w obecności kwasu solnego, znamienny tym, że przez masę reakcyjną, którą stanowi chlorowodorek dwuetanoloaminy, przepuszcza się w sposób ciągły kwas solny lub chlorowódor w stanie gazowym, przy czym proces prowadzi się przy ciśnieniu normalnym w temperaturze 180—200°C, po czym po zalkalizowaniu mieszaniny poreakcyjnej, wydziela się morfolinę w znany sposób.