

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 143 122

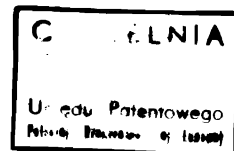
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 84 12 18 /P. 251073/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 86 07 01

Opis patentowy opublikowano: 88 12 31



Int. Cl.⁴ C07D 311/08
C07C 87/10

Twórcy wynalazku:

Tadeusz Szponareki, Ignacy Lachman, Zuzanna Stokłosa-Jankowska, Marek Synowiec, Eugeniusz Krop, Henryk Babiński, Marian Polak, Leszek Parys, Tadeusz Radziwonka, Jan Zaniuk, Zygmunt Jarczyk, Zdzisław Kulicki, Zbigniew Stec, Jan Zawadiak

Uprawniony z patentu:

Biuro Projektów i Realizacji Inwestycji Przemysłu Syntezy Chemicznej "Prosycchem", Gliwice; Grodziskie Zakłady Farmaceutyczne "Pofa", Grodzisk Mazowiecki, Politechnika Śląska, Gliwice /Polska/

SPOSÓB WYDZIELANIA DWUETYLOAMINY I FRAKCJI ALKOHOLOWEJ Z ODPADOWEJ DWUETYLOAMINY ZANIE- CZYSZCZONEJ W PROCESIE OTRZYMYWANIA CHLORO- WODORKU KUMARYNY

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielenia dwuetyloaminy i frakcji alkoholowej z odpadowej dwuetyloaminy zanieczyszczonej w procesie otrzymywania chlorowodorku kumaryny.

Chlorowodorek kumaryny otrzymuje się w wyniku reakcji dwuetyloaminy użytej w nadmiarze z bromokumaryną w obecności bezwodnego potażu. Reakcję prowadzi się w temperaturze 329-339 K. Po oddestylowaniu poreakcyjnej dwuetyloaminy kumarynę rozpuszcza się w spiryтуsie posiarczynowym i wytrąca etanolem w roztworze chlorowodoru, i otrzymuje się chlorowodorek kumaryny.

W odpadowej dwuetyloaminie, obok dwuetyloaminy /do 95 %/ znajdują się: woda /do 15 %/, etanol /do 60 %/, metanol /do 10 %/, zanieczyszczenia i substancje smoliste /do 3 %/. Obecność zanieczyszczeń oraz alkoholi, utrudnia wydzielenie dwuetyloaminy o wymaganej w procesie otrzymywania chlorowodorku kumaryny czystości, wynoszącej minimum 98 % wagowych dwuetyloaminy i maksimum 1 % wagowy wody.

Znany sposób wydzielenia dwuetyloaminy z odpadowej dwuetyloaminy polega na jej kilkukrotnej destylacji okresowej. Pierwsze frakcje destylacji stanowią dwuetyloaminę w wymaganym stopniu czystości. Drugie frakcje, zawierające ponad 50 - 70 % wagowych dwuetyloaminy łączy się z następną partią odpadowej dwuetyloaminy albo kieruje do spalania. Jednak w wyniku takiego sposobu destylacji kumulowane są pozostałe składniki mieszaniny, które uniemożliwiają destylację w wyniku osadzania się stałych zanieczyszczeń w kondensatorach co prowadziło do awaryjnego wyłączenia destylacji. Dlatego stosuje się tylko dwu lub trzykrotne łączenie wywaru z odpadową dwuetyloaminą, a następnie całą pozostałość kieruje się do spalania. Pozostałość z destylacji drugich frakcji kieruje się w całości do spalania.

Wadą takiego rozdziału są znaczne straty dwuetyloaminy wynoszące do kilkunastu procent wagowych oraz spalanie zawartych w pozostałościach alkoholi a zwłaszcza etanolu stosowanego

jako rozpuszczalnik w procesie otrzymywania chlorowodoru kumaryny.

Celem wynalazku jest takie wydzielenie dwuetyloaminy z odpadowej dwuetyloaminy, aby obok odzyskanej w większych niż poprzednio ilościach dwuetyloaminy wydzielić frakcję alkoholową zawierającą powyżej 80 % wagowych alkoholi.

Sposób wydzielenia dwuetyloaminy i frakcji alkoholowej z odpadowej dwuetyloaminy, według wynalazku, charakteryzuje się tym, że wydzielenia prowadzi się w dwóch stadiach. W pierwszym stadium do poddawanej rektyfikacji odpadowej dwuetyloaminy dodaje się przed lub w trakcie rektyfikacji wodorotlenki metali alkalicznych. Korzystne jest dodanie tych wodorotlenków w postaci roztworów wodnych, korzystnie o stężeniu 5-50 %. W wyniku rektyfikacji otrzymuje się dwuetyloaminę o czystości powyżej 98 % oraz frakcję zawierającą dwuetyloaminę, alkohole i wodę. Wywar jest produktem odpadowym. Frakcję tę, w drugim stadium wydzielenia, poddaje się kolejnej rektyfikacji w wyniku której uzyskuje się roztwór dwuetyloaminy zwracany do dwuetyloaminy odpadowej oraz jako wywar frakcję alkoholową o zawartości powyżej 80 % alkoholi.

W pierwszym stadium wydzielenia stosuje się bądź rektyfikację półciągłą, dodając do kuba kolumny odpadową dwuetyloaminę przy jednoczesnym odbiorze destylatu, a w dalszej fazie rektyfikację okresową.

Natomiast w drugim stadium dla rozdziału frakcji II stosuje się rektyfikację ciągłą bądź rektyfikację okresową.

P r z y k ł a d : Do kolby o pojemności 2 dm³ wprowadzono 1 kg odpadowej dwuetyloaminy o składzie wyrażonym w % wagowych

dwuetyloamina	92 %
etanol	5 %
woda	2 %
zanieczyszczenia	1 %

i 0,13 kg 5 % wodnego roztworu NaOH. Mieszaninę w kolbie podgrzano do wrzenia, ustabilizowano pracę kolumny, po czym zaczęto odbierać destylat dodając do kolby jednocześnie tyle samo odpadowej dwuetyloaminy.

Prowadząc w ten sposób rektyfikację metodą półciągłą odebrano 2,25 kg destylatu I frakcji o składzie:

dwuetyloamina	99 %
etanol	0,2 %
woda	0,8 %

Stopień deflegmacji wynosił 1 : 1 temperatura na szczycie kolumny 57°C. Następnie przerwano proces półciągły i pozostałość w kubie poddano destylacji periodycznej zwiększając stopień deflegmacji od 1:1 poprzez 2:1 do 4:1 tak, aby temperatura na szczycie kolumny nie przekroczyła 58°C. Uzyskano 0,67 kg destylatu I frakcji. Następnie zbierano przy stopniu deflegmacji 1:1 frakcję II /temperatura szczytu kolumny 59-78°C/. Odebrano 0,23 kg destylatu o następującym składzie wyrażonym w procentach wagowych:

dwuetyloamina	24,8 %
etanol	65,9 %
woda	9,3 %

Wywar w kolbie /pozostałość/ zawierał:

dwuetyloamina	18,6 %
etanol	2,9 %
woda	62,6 %
zanieczyszczenia	15,9 %

Cały opisany wyżej proces wykonano dwukrotnie.

W drugim stadium wydzielenia połączono dwie porcje destylacji okresowej stosując stopień deflegmacji 4:1 /temperatura oparów na szczycie 75°C/. Otrzymano jako destylat frakcję etyloaminy odpadowej /0,26 kg/ o składzie w procentach wagowych:

dwuetyloamina	38,9 %
etanol	54,7 %
woda	6,4 %

Wywarem była frakcja alkoholowa w ilości 0,2 kg o składzie:

dwuetyloamina	6,5 %
etanol	80,5 %
woda	13,0 %

Wszystkie doświadczenia przeprowadzono w szklanej kolumnie laboratoryjnej o średnicy 25 mm wypełnionej szklanymi spiralkami Fenskego o zdolności rozdzielczej odpowiadającej 15 półkom teoretycznym.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wydzielenia dwuetyloaminy i frakcji alkoholowej z odpadowej dwuetyloaminy z procesu otrzymywania chlorowodoru kumaryny, metodą rektyfikacji, z n a m i e n n y t y m, że wydzielenie prowadzi się w dwóch stadiach, przy czym w pierwszym stadium do poddawanej rektyfikacji odpadowej dwuetyloaminy dodaje się przed lub w trakcie rektyfikacji wodorotlenki metali alkalicznych korzystnie w postaci roztworów wodnych, korzystnie o stężeniu 5-50% otrzymując dwuetyloaminę o czystości powyżej 98% oraz frakcję zawierającą dwuetyloaminę, alkohole i wodę, z której to frakcji w drugim stadium wydzielenia w wyniku kolejnej rektyfikacji uzyskuje się roztwór dwuetyloaminy zawracany do dwuetyloaminy odpadowej oraz jako wywar frakcję alkoholową o zawartości powyżej 80 % alkoholi.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że w pierwszym stadium wydzielenia stosuje się początkowo rektyfikację półciągłą, dodając do kuba kolumny odpadową dwuetyloaminę przy jednoczesnym odbiorze destylatu, a w dalszej fazie prowadzi się rektyfikację okresową.

3. Sposób według zastrz. 1 albo 2, z n a m i e n n y t y m, że w drugim stadium dla rozdziału frakcji alkoholowej stosuje się rektyfikację okresową.