

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

⑫ OPIS PATENTOWY ⑰ PL ⑪ 186234

⑬ B1

⑳ Numer zgłoszenia: 319108

⑤① IntCl⁷
C07C 229/16

㉑ Data zgłoszenia: 20.03.1997

⑤④

Sposób wytwarzania 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu

GZYTELNIA
060154

④③ Zgłoszenie ogłoszono:
28.09.1998 BUP 20/98

⑦③ Uprawniony z patentu:
Politechnika Śląska, Gliwice, PL

④⑤ O udzieleniu patentu ogłoszono:
31.12.2003 WUP 12/03

⑦② Twórcy wynalazku:
Andrzej Kossuth, Katowice, PL
Miroslaw Fligier, Gliwice, PL
Monika Tlatlik, Gliwice, PL

⑦④ Pełnomocnik:
Ziółkowska Urszula, Politechnika Śląska

⑤⑦

Sposób wytwarzania 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu z kwasu etylenodiaminotetraoctowego, amoniaku i tlenku magnezu, **znamienny tym**, że do wodnej zawiesiny kwasu etylenodiaminotetraoctowego wprowadza się roztwór amoniaku korzystnie w temperaturze podwyższonej 40-60°C, następnie do otrzymanego roztworu dwu, trój lub cztero amonowej soli kwasu etylenodiaminotetraoctowego wprowadza się w warunkach wrzenia i mieszania tlenek magnezu w ilości molowo dwukrotnie większej niż ilość kwasu etylenodiaminotetraoctowego znajdującego się w roztworze substratycznym, następnie roztwór odparowuje się w warunkach wrzenia do całkowitego rozpuszczenia tlenku magnezu, przy czym odczyn roztworu winien się zawierać w granicach pH 4,3-5,6, po czym roztwór chłodzi się korzystnie w warunkach mieszania, zaś wykrystalizowany osad 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu separuje się od roztworu pokryształizacyjnego i odmywa wodą, a roztwór pokryształizacyjny zwraca się do etapu odparowania.

PL 186234 B1

Sposób wytwarzania 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu z kwasu etylenodiaminotetraoctowego, amoniaku i tlenku magnezu, **znamienny tym**, że do wodnej zawiesiny kwasu etylenodiaminotetraoctowego wprowadza się roztwór amoniaku korzystnie w temperaturze podwyższonej 40-60°C, następnie do otrzymanego roztworu dwu, trój lub cztero amonowej soli kwasu etylenodiaminotetraoctowego wprowadza się w warunkach wrzenia i mieszania tlenek magnezu w ilości molowo dwukrotnie większej niż ilość kwasu etylenodiaminotetraoctowego znajdującego się w roztworze substratycznym, następnie roztwór odparowuje się w warunkach wrzenia do całkowitego rozpuszczenia tlenku magnezu, przy czym odczyn roztworu winien się zawierać w granicach pH 4,3-5,6, po czym roztwór chłodzi się korzystnie w warunkach mieszania, zaś wykrystalizowany osad 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu separuje się od roztworu pokryształizacyjnego i odmywa wodą, a roztwór pokryształizacyjny zawraca się do etapu odparowania.

* * *

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu z kwasu etylenodiaminotetraoctowego, amoniaku i tlenku magnezu.

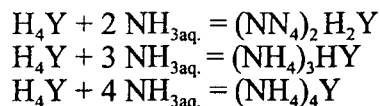
Znana jest metoda otrzymywania 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu w oparciu o reakcję kwasu etylenodiaminotetraoctowego z węglanem magnezu (Vorisek J. Collect. Czechoslow. Chem. Commun. 24, 3921, (1959)).



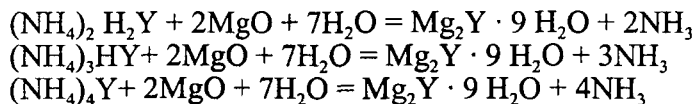
gdzie Y- anion kwasu etylenodiaminotetraoctowego

Reakcję przeprowadza się stosując zawiesinę wodną kwasu etylenodiaminotetraoctowego oraz stały węglan magnezowy.

Sposób wytwarzania 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu według wynalazku polega na tym, że trudnorozpuszczalny kwas etylenodiaminotetraoctowy przeprowadza się w reakcjach przebiegających według równań:



w łatwo rozpuszczalne sole dwu, trój lub cztero amonowe kwasu etylenodiaminotetraoctowego (zwane dalej odpowiednio $(NH_4)_2$, $(NH_4)_3HY$ i $(NH_4)_4Y$), które poddaje się reakcji z tlenkiem magnezu w warunkach wrzenia i odparowania amoniaku i wody, otrzymując roztwór wodny zawierający kompleks dimagnezu i kwasu etylenodiaminotetraoctowego (Mg_2Y)



z którego w czasie ochładzania krystalizuje etylenodiaminotetraoctan dimagnezu w postaci dziewięciu wodnego hydratu ($Mg_2Y \cdot H_2O$), który separuje się od roztworu macierzystego i przeemywa.

Sposób według wynalazku polega na tym, że do wodnej zawiesiny kwasu etylenodiaminotetraoctowego wprowadza się roztwór amoniaku korzystnie w temperaturze podwyższonej 40-60°C, następnie do otrzymanego roztworu dwu, trój lub cztero amonowej soli kwasu etylenodiaminotetraoctowego wprowadza się w warunkach wrzenia i mieszania tlenek magnezu

w ilości molowo dwukrotnie większej niż ilość kwasu etylenodiaminotetraoctowego znajdującego się w roztworze substratycznym, następnie roztwór odparowuje się w warunkach wrzenia do całkowitego rozpuszczenia tlenku magnezu, przy czym odczyn roztworu winien się zawierać w granicach pH 4,3-5,6, po czym roztwór chłodzi się korzystnie w warunkach mieszania, zaś wykrystalizowany osad 9 hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu separuje się od roztworu pokryształizacyjnego i odmywa wodą, a roztwór pokryształizacyjny zawraca się do etapu odparowania.

Wytworzony monohydrat etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu według wynalazku ma zastosowanie do otrzymywania czystych soli magnezowych.

Przykład 1

Do zlewki zaopatrzonej w mieszadło o objętości 600 dm³, roztwór amoniaku i wodę użytą w ilości podanych w kolumnach 4 i 5 tabeli 1 wprowadzono kwas etylenodiaminotetraoctowy w ilościach podanych w kolumnie 2 tabeli 1 zawieszoną ogrzewano do temperatury korzystnie 40°C i mieszano do uzyskania klarownego roztworu. Przypadku użycia substratów w ilościach podanych w wierszach 1-4 tabeli 1 otrzymywano roztwór etylenodiaminotetraoctanu diamonu $/(NH_4)_2H_2Y/$, o pH = 8-9,5. W przypadku użycia substratów w ilościach podanych w wierszach 5-8 tabeli 1 otrzymywano roztwór etylenodiaminotetraoctanu triamonu $/(NH_4)_3HY/$, o pH = 7,5-9. W przypadku użycia substratów w ilościach podanych w wierszach 9-12 tabeli 1 otrzymywano roztwór etylenodiaminotetraoctanu tetraamonu $/(NH_4)_4Y/$, o pH = 0,5-1.

Tabela 1

Lp.	Kwas H ₄ Y		Roztwór amoniaku		Woda	Roztwór poreakcyjny
	mol	g	mol	litr	g	g
	1	2	3	4	5	6
$(NH_4)_2H_2Y$						
1	0,4	116,90	0,80	0,162	300	573,9
2	0,2	58,45	0,40	0,081	150	287,0
3	0,06	17,53	0,12	0,024	50	91,1
4	0,4	116,90	0,80	0,162	300	573,9
$(NH_4)_3HY$						
5	0,06	17,53	0,18	0,036	50	102,9
6	0,2	58,45	0,60	0,121	150	326,2
7	0,4	116,90	1,20	0,243	300	652,5
8	0,4	116,90	1,20	0,243	300	652,5
$(NH_4)_4Y$						
9	0,06	17,53	0,24	0,049	50	114,7
10	0,2	58,45	0,80	0,162	150	365,5
11	0,4	116,90	1,60	0,324	300	731,0
12	0,4	116,90	1,60	0,324	300	731,0

Do uprzednio uzyskanych roztworów etylenodiaminotetraoctanu diamonu (tabela 2 wiersze 1-4), triamonu (tabela 2 wiersze 5-8) i tetraamonu (tabela 2 wiersze 9-12) w temperaturze

wrzenia dodawano MgO w ilościach podanych w tabeli 2 kolumnie 4, w warunkach mechanicznego mieszania. Reakcję prowadzono do całkowitego rozpuszczenia się tlenku magnezu i zaniku zapachu amoniaku w oparach. Odczyn roztworu winien się zawierać w granicach pH 4,3-5,6. Ilości wody i amoniaku odparowanych w poszczególnych przypadkach podano w kolumnie 5 tabeli 2. Roztwory poreakcyjne uzyskiwane w ilościach podanych w kolumnie 6 tabeli 2 chłodzono w celu wykrystalizowania 9-hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu. Wykrystalizowane osady separowano od roztworu macierzystego na próżniowym lejku Buchnera. Ilości wilgotnych osadów 9-hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu podano w kolumnie 8 tabeli 2.

Tabela 2

Lp.	Roztwór soli amonowych kwasu etylenodiaminotetraoctowego		Tlenek magnezu		Woda i amoniak odparowany	Roztwór poreakcyjny	Roztwór pokryształizacyjny	Wilgotny osad 9-hydrat EDTA dimagnezu
	mol	g	mol	g				
	1	2	3	4				
(NH₄)₂H₂Y								
1	0,4	573,9	0,80	32,26	273,2	333,0	170,2	162,8
2	0,2	287,0	0,40	16,13	136,6	166,5	84,9	81,6
3	0,06	91,1	0,12	4,84	46,0	50,0	24,2	25,7
4	0,4	573,9	0,80	32,26	273,2	333,0	169,8	163,2
(NH₄)₃HY								
5	0,06	102,9	0,12	4,84	57,8	50,0	24,4	25,5
6	0,2	326,2	0,40	16,13	175,9	166,5	88,2	78,3
7	0,4	652,5	0,80	32,26	351,7	333,0	161,5	171,5
8	0,4	652,5	0,80	32,26	351,7	333,0	165,0	168,0
(NH₄)₄Y								
9	0,06	114,7	0,12	4,84	69,5	50,0	24,4	25,5
10	0,2	365,5	0,40	16,13	215,1	166,5	88,2	78,3
11	0,4	731,0	0,80	32,26	430,3	333,0	173,2	159,8
12	0,4	731,0	0,80	32,26	430,3	333,0	170,2	162,8