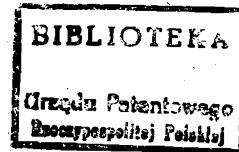


Warszawa, 21 listopada 1949 r.

C07c 31/20



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 33700

Kl. 12 o, 5/03

Vetrocoke S. A.

(Turyn, Włochy)

Sposób wytwarzania dwuetylenoglikolu

Zgłoszono 7 października 1946 r.

Udzielono 20 maja 1949 r.

Pierwszeństwo: 10 lipca 1942 r. (Włochy)

Różnego rodzaju etylenoglikole otrzymuje się w drodze technicznej przez wprowadzanie tlenu etylenu do wody, przy czym w obecności kwaśnych katalizatorów tlenek etylenu wtryskuje się do ciepłej wody pod zwyczajnym lub zwiększonym ciśnieniem. Sposób ten jednak — jak wiadomo — wykazuje tę niedogodność, iż stosując go, nie da się otrzymać jednego tylko glikolu, lecz wytwarza się zawsze mieszaninę różnego rodzajów glikolów. Wprowadzając tlenek etylenu w ilości poniżej teoretycznego stosunku 2 cząsteczek tlenu na jedną cząsteczkę wody, wytwarza się obok dwuetylenoglikolu dużą ilość trójetylenoglikolu i wyższych podobnych związków.

Stwierdzono, iż tlenek etylenu można w 97% — 99% przekształcić w dwuetylenoglikol, jeśli proces przeprowadza się w bardzo krótkim czasie i przy zachowaniu pewnych warunków, pozwalających na wykorzystanie małych różnic szybkości poszczególnych reakcji, zachodzących w tym procesie i przebiegających równocześnie.

Tym sposobem udało się w zupełności przesunąć równowagę tę na korzyść przebiegu głównej reakcji.

Pierwszym warunkiem uzyskania dużej wydajności dwuetylenoglikolu jest, by tlenek etylenu wprowadzać nie do czystej wody, lecz do roztworu jednoetylenoglikolu.

Drugim warunkiem jest, by szybkość wprowadzania tlenu etylenu do wodnego roztworu jednoetylenoglikolu wynosiła 300 — 500 g tlenu etylenu na godzinę na kilogram roztworu początkowego; wtedy reakcja przebiega całkowicie do końca najwyżej w ciągu 1 — 2 godzin. Nie zachodzi też potrzeba stosowania ciśnienia czy urządzeń specjalnych, służących do wprowadzania tlenu etylenu do cieczy. Kwasowość roztworu można przy tym utrzymywać poniżej normy i 3 — 4 g kwasu siarkowego na litr roztworu zupełnie wystarcza do zapobieżenia ulatnianiu się tlenu etylenu w wyniku niedostatecznego pochłaniania. Nie potrzeba też wy-

równywać kwasowości, zmniejszającej się w czasie reakcji.

Trzecim warunkiem jest, aby temperatura reakcji nie przekraczała 50° C. W literaturze podano, że utrzymywanie temperatury w szerokich granicach, wahających się od 50 — 100° C nie wywiera najmniejszego wpływu na uwodnienie tlenku etylenu. Poza tym literatura zawiera również wskazówkę, by tlenek etylenu był najpierw pochłaniany w niskiej temperaturze, a później reagował w temperaturach powyżej 50° C. W sposobie według wynalazku nie jest to konieczne, gdyż najlepsze wyniki osiąga się przy równoczesnym pochłanianiu i reakcji w temperaturze 45 — 48° C.

Czwarty warunek polega na zastosowaniu odpowiedniego stężenia jednoetylenoglikolu w mieszaninie początkowej. Stwierdzono bowiem, że szczególnie korzystnie jest stosować jednoetylenoglikol w stężeniu nie wyższym niż 85% i nie niższym niż 50%, przy niższych bowiem stężeniach zachodzi reakcja przemiany tlenku etylenu w jednoetylenoglikol, zamiast w dwuetylenoglikol. Najkorzystniejszym stężeniem jednoetylenoglikolu jest 75 — 85%; dopuszczalna jest też obecność paru procent dwuetylenoglikolu w mieszaninie początkowej.

Stwierdzono też, iż wprowadzanie tlenku etylenu musi być przerwane w chwili, gdy stosunek ciężaru dwuetylenoglikolu do jednoetylenoglikolu w mieszaninie osiąga wartość 1,1 — 1,2 : 1; przy wyższych wartościach tego stosunku stwierdzono, iż równowaga zdecydowanie przesunęła się na stronę tworzenia się wieloetylenoglikoli zamiast dwuetylenoglikolu. W razie przerwania reakcji we właściwej chwili ilość przekształconego jednoetylenoglikolu w wieloetylenoglikole jest nieznaczna, mniejsza niż 20% ilości początkowej jednoetylenoglikolu.

W przypadku zachowania w toku pracy wyżej podanych warunków sposób według wynalazku umożliwia przemianę 97 — 99% tlenku etylenu na dwuetylenoglikol, przy czym reakcja

przebiega szybko, nie wymaga użycia ciśnienia, wysokich temperatur czy silnego stężenia kwasów i umożliwia wytwarzanie roztworów o dużym stężeniu glikolu, co jest korzystne dla dalszego toku pracy.

Sposób wytwarzania dwuetylenoglikolu według wynalazku wyjaśnia bliżej poniżej podany przykład.

Przykład. 1000 części wagowych wodnego roztworu etylenoglikolu, zawierającego 75% wagowych etylenoglikolu lub 70% etylenoglikolu i 5% dwuetylenoglikolu, zakwasza się 3,5 częściami wagowymi kwasu siarkowego i podgrzewa do temperatury 48° C. Następnie wtryskuje się do cieczy tlenek etylenu o czystości 96% z szybkością około 400 g na godzinę na kilogram roztworu początkowego. Po upływie około 1½ godziny i wprowadzeniu 520 części tlenku etylenu, przerywa się dalsze wprowadzanie, a roztwór pozostawia się w temperaturze 48° C w ciągu około 1½ godziny w celu umożliwienia przereagowania całej ilości rozpuszczonego tlenku.

Mieszanina reakcyjna zawiera 610 części etylenoglikolu, 698 części dwuetylenoglikolu, 15 części trójetilenoglikolu oraz produkty żywiczne. Strata zatem na tlenku, spowodowana przez wytworzenie się wieloglikoli, wynosi 2,2% ilości przekształconego tlenku.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwuetylenoglikolu znamienny tym, iż tlenek etylenu wytryskuje się w temperaturze poniżej 50° C, najlepiej 45 — 48° C, do wodnego roztworu etylenoglikolu o stężeniu nie większym niż 85% i nie mniejszym niż 50% w stosunku wagowym, w obecności nieorganicznych lub organicznych kwasów w ten sposób, by szybkość wprowadzania tlenku etylenu była wyższa niż 300 g na godzinę na kilogram roztworu początkowego.

Vetrocoke S. A.
Zastępca: Dr S. Bolland
adwokat

