



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 29.01.77 (P. 195682)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 21.11.77

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1979

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.² C07C 43/22

Twórcy wynalazku: Tadeusz Malikowski, Stanisław Machowski, Jerzy Twardowski, Wacław Świerczyński, Jerzy Szczerbiński

Uprawniony z patentu: Spółdzielnia Pracy Chemików „Xenon”, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania 1,4-dwu (2-hidroksyetoksy) benzenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 1,4-dwu(2-hidroksyetoksy) benzenu stosowanego jako półprodukt do syntezy barwników lub jako dodatek do włókien chemicznych, zwłaszcza do włókien poliuretanowych, celem poprawienia własności fizykomechanicznych włókien podczas ich rozciągania w toku procesu przędzenia.

Znany jest sposób wytwarzania 1,4-dwu-(2-hydroksyetoksy) benzenu polegający na tym, że hydrochinon rozpuszcza się w wodnym roztworze wodorotlenku potasowego z dodatkiem węglanu potasowego, przy czym roztwór ogrzewa się przez 5 godzin w temperaturze 130°C z tym, że podczas ogrzewania roztworu wkrapla się powoli chlorohydrynę etylenową. Po ostudzeniu otrzymany produkt wykrystalizowuje się trzykrotnie z acetonu.

Opisany proces przebiega z niską wydajnością wynoszącą około 20% wydajności teoretycznej, uzyskany zaś krystaliczny 1,4-dwu (2-hidroksyetoksy) benzen ma temperaturę topnienia 103—104°C i żółtawy odcień, który jest niepożądany w przypadku stosowania go jako dodatek do włókien chemicznych białych.

Stwierdzono nieoczekiwanie, że uwolnienie wody od tlenu i dodatek niewielkich ilości antyutlenia-czy do wodnego roztworu reakcyjnego oraz prowadzenie krystalizacji gotowego produktu w atmosferze azotu daje 1,4-dwu (2-hidroksyetoksy) benzen bezbarwny o wysokiej czystości i temperaturze topnienia 105°C, proces zaś przebiega z wydajnością

2

2—3 krotnie większą w porównaniu z wydajnością znanego sposobu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że wodę doprowadza się do stanu wrzenia w atmosferze azotu, po czym przed wprowadzeniem do niej hydrochinonu i chlorohydryny etylenowej dodaje się antyutlenia-cze nieorganiczne lub organiczne, a otrzymany produkt oczyszcza się przez krystalizację prowadzoną w atmosferze azotu. Jako antyutlenia-cze stosuje się kwas siarkawy i jego sole, podsiarczyny lub tioglikolany, korzystnie w ilości 0,03—0,09 części wagowej w stosunku do 1 części wagowej użytego hydrochinonu.

Przykład I. Do emaliowanego reaktora o pojemności 250 l zaopatrzonego w mieszkadło wlewa się 150 l wody destylowanej i doprowadza do wrzenia w atmosferze azotu, po czym studzi się i dodaje przy ciągłym mieszanii 1,2 kg podsiarczyny sodowego, 4 kg węglanu potasowego, 42 kg wodorotlenku sodowego w postaci 50% roztworu wodnego oraz 40 kg hydrochinonu. Zawartość reaktora podgrzewa się do temperatury 98—100°C i dodaje w ciągu 20 minut 34 kg chlorohydryny etylenowej 98%, po czym mieszaninę utrzymuje się w stanie łagodnego wrzenia w ciągu 10 godzin. Po ostudzeniu mieszaniny do 80°C wlewa się wsad do krystalizatora, a następnie otrzymany krystaliczny osad przekrystalizowuje się w atmosferze azotu z mieszaniny węgla aktywnego z acetonem. Gotowy produkt suszy się w suszarce próżniowej w tempe-

raturze 50—60°C uzyskując 30 kg czystego, białego 1,4-dwu (2-hydroksyetoksy) benzeno o temperaturze topnienia 105°C, co stanowi 42% wydajności teoretycznej.

Przykład II. Do emaliowanego reaktora o pojemności 250 l zaopatrzonego w mieszadło wlewa się 150 l wody destylowanej i doprowadza do wrzenia, po czym schładza się ją do temperatury 70°C i przedmucha przestrzeń nad lustrem wody sprężonym azotem, a następnie przy ciągłym mieszanii dodaje się 1,2 kg tioglikolanu sodowego oraz 3 kg czystego węglanu sodowego. Po rozpuszczeniu tioglikolanu sodowego oraz węglanu sodowego wlewa się 50 kg 50% wodnego roztworu wodorotlenku potasowego oraz 40 kg hydrochinonu, po czym podgrzewa się mieszaninę do temperatury 98°C i dodaje w ciągu 30 minut 34 kg chlorohydryny etylenowej. Temperatura wzrasta do 102°C, przy czym temperaturę tę utrzymuje się przez 12 godzin, a następnie mieszaninę schładza się do temperatury 80°C i wylewa do krystalizatora, otrzymany zaś krystaliczny osad przekrystalizowuje się w atmosferze azotu z mieszaniny węgla aktywnego z acetonem. Gotowy produkt suszy się w suszarce próżniowej w temperaturze 50—60°C uzyskując 43 kg czystego, białego 1,4-dwu (2-hydroksyetoksy) benzeno o temperaturze topnienia 105°C, co stanowi 60% wydajności teoretycznej.

Przykład III. Do emaliowanego reaktora o pojemności 250 l zaopatrzonego w mieszadło wlewa się 150 l wody destylowanej i dodaje 1,6 kg siarczynu sodowego, po czym przy ciągłym mieszanii podgrzewa się roztwór do 40°C, przestrzeń zaś nad roztworem przedmucha się sprężonym azotem, a następnie wlewa się 50 kg 50% wodnego roztworu

wodorotlenku potasowego i dodaje 40 kg hydrochinonu oraz podgrzewa zawartość reaktora do temperatury łagodnego wrzenia, po czym przerywa się ogrzewanie i wkrapla się w ciągu 30 minut 34 kg chlorohydryny etylenowej tak, aby mieszanina znajdowała się cały czas w stanie łagodnego wrzenia. Po wdropleniu chlorohydryny etylenowej stan łagodnego wrzenia mieszaniny utrzymuje się przez 15 godzin, po czym schładza się ją do temperatury 70°C, a następnie wylewa do krystalizatora, otrzymany zaś krystaliczny osad przekrystalizowuje się z mieszaniny węgla aktywnego i acetonu w atmosferze azotu. Gotowy produkt suszy się w suszarce próżniowej w temperaturze 50—60°C uzyskując 34 kg czystego, białego 1,4-dwu (2-hydroksyetoksy) benzeno o temperaturze topnienia 105°C, co stanowi 47% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 1,4-dwu-(2-hydroksyetoksy)-benzeno z hydrochinonu i chlorohydryny etylenowej w alkalicznym roztworze wodnym, **znamienny tym**, że wodę doprowadza się do stanu wrzenia w atmosferze azotu, po czym przed wprowadzeniem do niej hydrochinonu i chlorohydryny etylenowej dodaje się antyutleniacze nieorganiczne lub organiczne, a otrzymany produkt oczyszcza się przez krystalizację w atmosferze azotu.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako antyutleniacze stosuje się kwas siarkowy i jego sole, podsiarczyny lub tioglikolany, korzystnie w ilości 0,03—0,09 części wagowej w stosunku do 1 części wagowej użytego hydrochinonu.