

URZĄD PATENTOWY

C07c 31/20



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 22062.

Kl. 12 o, 5/03.

Société Carbochimique, Société Anonyme
(Tertre, Belgja).

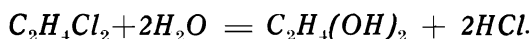
Sposób wytwarzania glikolu etylenowego z dwuchloroetanu.

Zgłoszono 2 sierpnia 1934 r.

Udzielono 27 sierpnia 1935 r.

Pierwszeństwo: 28 sierpnia 1933 r. (Francja).

Wiadomo, że glikol otrzymuje się przez hydrolizę dwuchloroetanu najlepiej w wysokiej temperaturze i pod ciśnieniem (w autoklawie), przyczem reakcja przebiega według następującego równania:



Obecność wolnego kwasu chlorowodorowego jest niekorzystna dla przebiegu reakcji, ponieważ działa on hamująco na szybkość przebiegu reakcji i powoduje powstawanie niepożądanych produktów ubocznych: tlenku etylenu, acetaldehydu, z którego przez polimeryzację wytwarza się żywica. Hydroliza dwuchloroetanu w obecności mocnych zasad jest również nieodpowiednia z powodu zbyt szybkiego wydzielania się jednego, następnie dwóch moli

HCl z dwuchloroetanu, wskutek czego powstaje chlorek winylu, a nawet acetylen.

Większość sposobów wytwarzania glikolu polega na wytwarzaniu glikolu w środowisku słabo alkalicznym przy użyciu węglanów lub dwuwęglanów potasowców, zwłaszcza dwuwęglanu sodu, w celu zobojętnienia kwasu, wydzielanego podczas reakcji.

Proponowano również prowadzenie tej hydrolizy w obecności wodorotlenku sodu lub potasu, zwłaszcza wapnia, lecz z zachowaniem środowiska słabo kwaśnego przy stopniowym wprowadzaniu składników reakcji.

Zarówno zapomocą tego sposobu, jak i sposobu poprzedniego, wykonywanego w obecności węglanu lub dwuwęglanu sodu, otrzymuje się ostatecznie zawsze roz-

twór wodny glikolu i chlorków potasowców lub wapniowców, t. j. soli praktycznie bezwartościowych.

Znany jest ponadto sposób, według którego stosuje się węglan wapnia jako czynnik hydrolizujący. Wydajność glikolu nie jest zbyt duża, przyczem powstaje nowa niedogodność, polegająca na długotrwałych zabiegach przy ostrożnem oddzielaniu wytworzonego glikolu od powstałego CaCl_2 .

Wynalazek niniejszy opiera się na spostrzeżeniu, iż można uniknąć wyżej wspomnianych niedogodności, jeśli hydrolizę dwuchloroetanu przeprowadza się w taki sposób, że otrzymuje się jako produkt uboczny chlorek amonu.

Sposób według wynalazku niniejszego polega na tem, że hydrolizę dwuchloroetanu przeprowadza się w wysokiej temperaturze i pod ciśnieniem w obecności soli amonowych lub amonjaku w takich warunkach, że chlor zostaje związany w postaci chlorku amonu. W praktyce daje się to osiągnąć bądź drogą pośrednią w środowisku obojętnem lub słabo zasadowem, to jest w obecności jakiejkolwiek soli wapniowca lub potasowca i soli amonowej, bądź bezpośrednio w obecności amonjaku albo soli amonowej, wprowadzanej stopniowo, w miarę postępowania reakcji.

Stwierdzono, że jeśli przeprowadza się hydrolizę dwuchloroetanu w obecności np. węglanu wapnia i dodaje się do autoklawu (podczas przebiegu hydrolizy) soli amonowej, np. siarczanu amonu, osiąga się w jednym procesie wyniki następujące: uzyskanie chloru w postaci chlorku amonu, zwiększenie wydajności glikolu, oraz łatwe oddzielenie następne glikolu od roztworu soli.

Stwierdzono również, że można proces ten przeprowadzić bezpośrednio przy użyciu soli amonowych, jak węglanu lub dwuwęglanu amonu, zwłaszcza w obecności amonjaku, o ile składniki te zostaną wprowadzone podczas hydrolizy, w celu utrzy-

mywania słabo kwaśnego odczynu tak, iż chlor w warunkach tych zostaje związany w postaci chlorku amonu.

Ciśnienie, które należy zastosować w celu przeprowadzenia reakcji, jest zależne od warunków przebiegu reakcji i od postaci, w jakiej amonjak lub jego sole zostają do procesu wprowadzone.

Hydrolizę według niniejszego sposobu można przeprowadzić w obecności katalizatorów lub bez nich.

Poniżej podane dwa przykłady wykonania służą do wyjaśnienia cech znamienych sposobu według wynalazku niniejszego.

Przykład I. 200 części wagowych $\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$ ogrzewa się w temperaturze $160^\circ - 170^\circ\text{C}$ w ciągu 3-4 godzin, w autoklawie, z około 200 częściami wagowymi CaCO_3 i 1500 częściami wagowymi wody. Następnie wprowadza się powoli 270 części wagowych $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ w 600 częściach wagowych wody. Zawartość autoklawu stale się wstrząsa. Po skończonej hydrolizie odsącza się powstały osad siarczanu wapnia, a przesącz poddaje destylacji w celu oddzielenia glikolu od chlorku amonu. Wydajność glikolu wynosi powyżej 80%.

Przykład II. 200 części wagowych $\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$ ogrzewa się w temperaturze $160^\circ - 170^\circ\text{C}$ w ciągu 3-4 godzin w autoklawie, w obecności mniej więcej 1800 części wagowych wody. Zawartość autoklawu stale się wstrząsa i wprowadza zapomocą odpowiedniego wkraplacza stopniowo amonjak, w celu utrzymania kwaśnego odczynu środowiska poniżej 1 N. Otrzymuje się roztwór wodny glikolu i NH_4Cl , który oddziela się od glikolu przez destylację. Wydajność glikolu wynosi powyżej 80% ilości teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania glikolu etylowego z dwuchloroetanu przez hydrolizę

w podwyższonej temperaturze i pod ciśnieniem, znamieny tem, że proces hydrolizy wykonywa się w obecności soli amonowych lub amonjaku w takich warunkach, że chlor zostaje związany w postaci chlorku amonu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że proces przeprowadza się pośrednio w środowisku obojętnem lub słabo zasadowem, to jest w obecności soli wapniowca lub potasowca i soli amonowej.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że proces przeprowadza się bezpośrednio w środowisku słabo kwaśnem w obecności amonjaku lub soli amonowej, wprowadzanej stopniowo w miarę postępowania reakcji.

Société Carbochimique,
Société Anonyme.
Zastępca: Inż. M. Brokman,
rzecznik patentowy.