

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 93504

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.04.75 (P. 179972)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 24.04.76

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1979

MKP C07d 1/04
C07d 1/12

Int. Cl.²
C07D 301/26
C07D 303/04

CZYTELNIKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Miłka Stojanowa-Antoszczyszyn, Jerzy Myszkowski, Irena Wiśnik,
Anna Gawrońska

Uprawniony z patentu: Politechnika Szczecińska, Szczecin (Polska)

Sposób wytwarzania dwuepoksybutanu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania dwuepoksybutanu, w którym surowcem jest produkt chlorohydroksylowania butadienu.

Dotychczas znany jest sposób otrzymywania dwuepoksybutanu przez odchlorowodorowanie za pomocą alkaliów czystych izomerów dwuchlorowobutanodioli w środowisku eteru dwuetylowego np. z opisów patentowych brytyjskich nr 794209 i 867197 oraz z opisu patentowego RFN 1093345. Wadą tego znanego sposobu jest konieczność stosowania kilkietapowych procesów syntezy czystych izomerów, zużywanie dużych ilości drogich surowców i niezbyt wysokie na ogół wydajności dwuepoksybutanu, kształtujące się w szerokich granicach od 15–70%.

Celem wynalazku jest usunięcie powyższych niedogodności poprzez zastosowanie nowej, mniej skomplikowanej, metody odchlorowodorowania produktu chlorohydroksylowania butadienu.

Sposób wytwarzania dwuepoksybutanu przez odchlorowodorowanie surowej mieszaniny izomerów dwuchlorobutanodioli za pomocą alkaliów według wynalazku polega na tym, że reakcję prowadzi się w środowisku wodnym w temperaturze 30–60°, korzystnie w temperaturze około 53°C, po czym wytworzony dwuepoksybutan ekstrahuje się za pomocą chlorku metylenu. Przez oddestylowanie chlorku metylenu i następną rektyfikację wyodrębnia się dwuepoksybutan.

Zaletą wynalazku jest to, że pozwala na zastosowanie bardziej polarnego i wyżej wrzącego rozpuszczalnika, jakim jest woda, przez co uzyskuje się nie tylko wysoką wydajność dwuepoksybutanu, sięgającą około 84% molowych przy selektywności epoksyzwiązku około 92% molowych, ale również prowadzi do uproszczenia i obniżenia kosztów całego procesu wytwarzania dwuepoksybutanu.

Przedmiot wynalazku przedstawiono na poniższym przykładzie wykonania.

P r z y k ł a d. Jako surowiec stosuje się mieszaninę dwuchlorobutanodioli, otrzymaną przez chlorohydroksylowanie butadienu, o następującym składzie:

- 72,1% molowych 1,4-dwuchlorobutanodiol-2,3
- 25,1% molowych 2,3-dwuchlorobutanodiol-1,4
- 2,2% molowych 2,4-dwuchlorobutanodiol-1,3
- 0,6% molowych 3,4-dwuchlorobutanodiol-1,2

Krystaliczne butanodiolę rozpuszcza się w wodzie. Stały, sproszkowany wodorotlenek dozuje się do wodnego roztworu dwuchlorobutanodioli w ciągu 30 minut. Po ukończeniu dozowania zasady, zawartość reaktora miesza się jeszcze przez dalsze 60 minut w temperaturze około 55°C. Wytworzony dwuepoksybutan ekstrahuje się ze środowiska wodnego w sposób ciągły chlorkiem metylenu w ciągu 4 godzin. Wydajność dwuepoksybutanu wynosi 79,2% molowych, selektywność reakcji do związków epoksy 89,3% molowych, ponadto tworzą się glikole z selektywnością 3,0% molowych i związki furanowe z selektywnością 7,7% molowych. Stopień ekstrakcji dwuepoksybutanu z roztworu wodnego wynosi 94,4% molowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwuepoksybutanu przez odchlorowodorowanie surowej mieszaniny izomerów dwuchlorobutanodioli za pomocą alkaliów, z n a m i e n n y t y m, że reakcję prowadzi się w środowisku wodnym w temperaturze 30–60°C, korzystnie w temperaturze około 53°C, po czym wytworzony dwuepoksybutan ekstrahuje się za pomocą chlorku metylenu.