

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43029

Kl. 12 o, 5/05

VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Ciągły sposób wytwarzania epichlorohydryny z gliceryny

Patent trwa od dnia 5 września 1958 r.

Epichlorohydrynę można wytwarzać z gliceryny, przy czym najpierw otrzymuje się dwuchlorohydrynę z gliceryny i chlorowodoru, którą następnie zmydla się do epichlorohydryny za pomocą mleka wapiennego.

Reakcję wytwarzania dwuchlorohydryny przeprowadza się zwykle w ten sposób, że do gliceryny, ogrzanej do temperatury 100°C, wprowadza się bezwodny chlorowódz tak długo, aż wzrost wagi wyniesie około 25% ponad wartość teoretyczną. Chlorowódz potrzebny do reakcji otrzymuje się bądź przez działanie stężonym kwasem siarkowym na sól kuchenną, bądź korzystniej przez reakcję chloru z wodorem.

Według podanego wyżej sposobu po zakończeniu przepuszczania chlorowodoru zubożoną mieszaninę reakcyjną, w temperaturze pokojowej, sodą w celu związania nadmiaru chlorowodoru. Utworzona dwuchlorohydryna wydziela się przy tym jako dolna warstwa i można ją, po oddzieleniu i przemyciu wodą, oczyścić przez frakcjonowaną destylację próżniową.

Tak otrzymaną czystą dwuchlorohydrynę zmydla się za pomocą wapna lub ługu do epichlorohydryny.

W ten sposób można wprawdzie otrzymać bardzo czyste produkty końcowe, z dobrą wydajnością, sposób jednakże jest stosunkowo kłopotliwy.

Stwierdzono, że sposób ten można znacznie uprościć i prowadzić systemem ciągłym, jeśli przez glicerynę, ogrzaną do temperatury 100–130°C i znajdującą się w aparaturze destylacyjnej pod niewielką próżnią, przepuszcza się strumień suchego chlorowodoru. Powstaje przy tym pożądana dwuchlorohydryna. Dzięki pracy pod niewielką próżnią tworząca się dwuchlorohydryna oddestylowuje natychmiast po wytworzeniu w sposób ciągły jako mieszanina azeotropowa z wodą i nadmiarem chlorowodoru. W ten sposób zapobiega się dalszym reakcjom dwuchlorohydryny, prowadzącym do niepożądanych produktów ubocznych i pogarszającym wydajność.

Stwierdzono dalej, że otrzymany azeotrop

można bardzo korzystnie, bez izolowania czy-
stej dwuchlorohydryny, przeprowadzić w epi-
chlorohydrynę. W tym celu destylat miesza się
z nadmiarem mleka wapiennego, ogrzewa mie-
szaninę do temperatury 40—80°C i usuwa two-
rzącą się epichlorohydrynę pod próżnią w spo-
sób ciągły przez destylację. Unika się w ten
sposób kłopotliwego zobojętniania, do którego
zużywa się duże ilości sody. Odpada również
destylacja próżniowa dwuchlorohydryny, dzia-
lającej silnie korodująco.

Zobojętnianie i zmydlenie można również
przeprowadzać w sposób ciągły, jeśli się je pro-
wadzi w poziomym naczyniu reakcyjnym, a
mianowicie mleko wapienne i surową miesza-
ninę zawierającą dwuchlorohydrynę doprowa-
dza się razem w sposób ciągły do jednego koń-
ca rury i w poziomym naczyniu ogrzewa pod
próżnią do temperatury 40—80°C. Zawarta
dwuchlorohydryna przechodzi przy tym całko-
wicie w epichlorohydrynę, która oddestylowuje
w sposób ciągły u drugiego końca rury; pod-
czas gdy zużyte mleko wapienne również w spo-
sób ciągły usuwane jest za pomocą syfonu.

Stwierdzono wreszcie, że zamiast czystego
gazowego chlorowodoru mogą być również uży-
te gazy odlotowe powstające w innych reakcjach
i zawierające chlorowodór. Tak więc można
na przykład przeprowadzić reakcję z gazem od-
lotowym uzyskiwanym przy sulfochlorowaniu,
zawierającym przeciętnie 60—70% objętościo-
wych chlorowodoru, około 10% objętościowych
dwutlenku siarki i 20—30% objętościowych
powietrza.

Dzięki prowadzeniu procesu w obu etapach
w sposób ciągły można w małych naczyniach
reakcyjnych uzyskiwać duży przerób.

Sposób według wynalazku opisany jest w dal-
szym ciągu w oparciu o rysunek, przy czym
w sposobie tym stosuje się gazy odlotowe za-
wierające chlorowodór.

Do naczynia reakcyjnego 1, ogrzewanego do
temperatury 110—120°C i napełnionego stale
w około 60% objętościowych gliceryną, wpro-
wadza się przy ciśnieniu 460—560 mm Hg,
w sposób ciągły, gaz odlotowy, zawierający
70—80% objętościowych chlorowodoru. Przy
temperaturze reakcji 110—120°C tworząca się
dwuchlorohydryna oddestylowuje w sposób
ciągły pod wyżej podanym ciśnieniem, w mie-
szaninie z wodą reakcyjną i nadmiarem chlo-

rowodoru, w temperaturze około 100°C i zbiera
się w odbieralniku 2.

Otrzymywany destylat posiada przeciętnie na-
stępujący skład:

50% dwuchlorohydryny

35% wody

15% chlorowodoru.

W miarę oddestylowania mieszaniny reak-
cyjnej doprowadza się ze zbiornika 3 w spo-
sób ciągły glicerynę, tak że w naczyniu reak-
cyjnym znajduje się stale ta sama ilość cieczy.

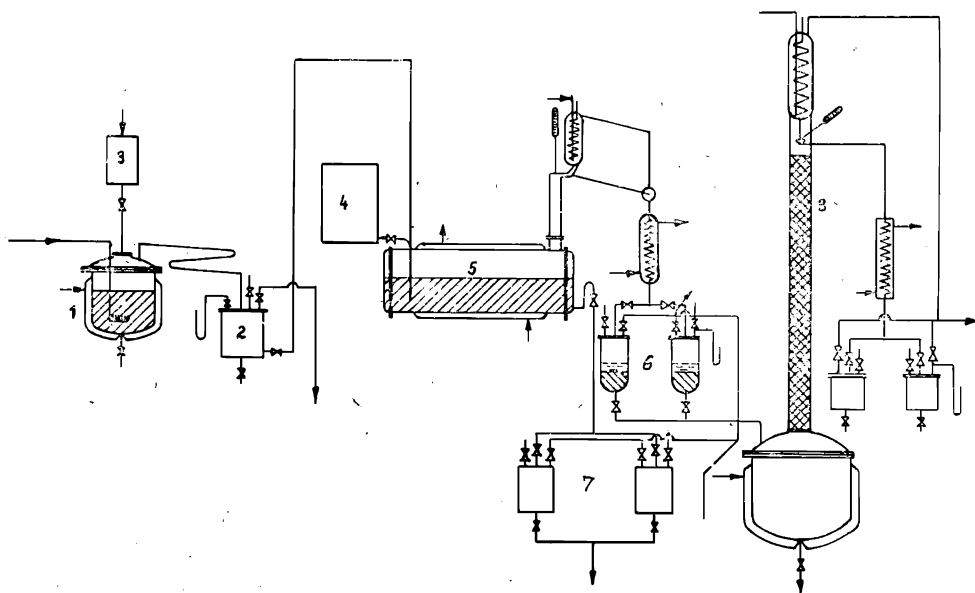
Otrzymany destylat, bez zobojętniania i de-
stylowania, doprowadza się wraz z 10—20%-
owym mlekiem wapiennym ze zbiornika 4
w temperaturze 60°C i pod ciśnieniem około
100 mm Hg, w sposób ciągły do jednego koń-
ca poziomej rury żelaznej 5 ogrzewanej parą
wodną. Tworząca się na skutek zmydlenia epi-
chlorohydryna oddestylowuje z górnej części
drugiego końca rury w temperaturze 50—60°C
wraz z wodą jako mieszanina o stałej tempera-
turze wrzenia. Mieszanina ta rozdziela się
w odbieralnikach 6. Zużyte mleko wapienne
spływa z tego samego końca rury z jej dolnej
strony do odbieralników 7. Otrzymywana surowa
epichlorohydryna jest stosunkowo czysta. Oczy-
szcza się ją w kolumnie 8 przez frakcjonowaną
destylację pod ciśnieniem około 100 mm Hg.

Zastrzeżenia patentowe

1. Ciągły sposób wytwarzania epichlorohydry-
ny z gliceryny, znamieny tym, że do glice-
ryny ogrzanej do temperatury 100—130°C
wprowadza się pod niewielką próżnią,
w sposób ciągły, gazowy chlorowodór, po-
wstającą przy tym dwuchlorohydrynę usu-
wa w sposób ciągły przez destylację jako
azeotrop z wodą reakcyjną i nie przereago-
wanym chlorowodore, a otrzymany desty-
lat bezpośrednio, w jednym zabiegu robo-
czym, zobojętnia się i zmydla w sposób cią-
gły mlekiem wapiennym.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym,
że zamiast czystego gazowego chlorowodoru
stosuje się gazy odlotowe, zawierające chlo-
rowodór i dwutlenek siarki.

VEB Leuna-Werke
„Walter Ulbricht”

Zastępca: mgr Józef Kamiński
rzecznik patentowy



BIBLIOTEKA
Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej