



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1348331** **A1**

(51)4 С 07 С 31/36

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3877793/23-04
(22) 29.01.85
(46) 30.10.87. Бюл. № 40
(72) Б. К. Тюрин, И. Х. Бикбулатов,
М. Ш. Ахметзянов, М. П. Зяблицева,
А. П. Томилов и А. Ф. Мазанко
(53) 547.431.2.07(088.8)
(56) Патент СССР № 403155,
кл. С 07 С 31/34, 1970.
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ХЛОРГИДРИНОВ
(57) Изобретение относится к галоид-
замещенным спиртам, в частности к
получению хлоргидринов (ХГ). Цель -
упрощение процесса, снижение расход-
ных норм хлора и ликвидации сточных

вод. Получение ХГ ведут из непре-
дельного углеводорода и хлора при
постоянной электрохимической обра-
ботке кислого циркулирующего раство-
ра (КЦР) ХГ с непрерывным подводом
реагентов, сепарацией и удалением
образующихся продуктов в виде орга-
нической фазы. В качестве источника
хлора в КЦР используют HCl или хло-
рид щелочного металла. Способ обес-
печивает упрощение процесса за счет
образования концентрированных раст-
воров ХГ, полной утилизации ионов
хлора и ликвидации сточных вод.
1 з.п. ф-лы, 1 ил.

(19) **SU** (11) **1348331** **A1**

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения хлоргидринов, важных продуктов органического синтеза.

Цель изобретения - упрощение процесса, снижение расходных норм и ликвидации сточных вод, которая достигается постоянной электрохимической обработкой циркулирующего водного раствора дихлоргидрина и непрерывной сепарацией и удалением образующегося продукта в виде органической фазы. В качестве источника хлора используют хлорид водорода или хлорид щелочного металла.

На чертеже приведена схема установки, реализующей предлагаемый способ.

Установка включает систему циркуляции кислого раствора с насосами циркуляции Р-1 и Р-2, выполняющими также роль смесителей, системы сепарации газа и жидкости Ф-7 водной и органической фазы Х-8, бездиафрагменный электролизер с оксидными рутениевотитановыми анодами и титановыми катодами, а также холодильники Т-3, Т-4 и Т-5 для поддержания заданной температуры.

Пр и м е р 1. Процесс осуществляют на циркуляционной установке, включающей насосы-смесители Р-1 и Р-2, системы сепарации газ-жидкость Ф-7 и жидкость-жидкость Х-8, бездиафрагменный электролизер с оксидными рутениевотитановыми анодами и титановыми катодами З-6, холодильники Т-3, Т-4 и Т-5 и ротаметры 1 и 2.

Предварительно приготовленный в количестве 4 л насыщенный по дихлоргидрину глицерина (ДХГГ) водный раствор с содержанием HCl 3,55 г/л загружают в циркуляционный контур. Включают в работу насосы Р-1 и Р-2 и организуют циркуляцию раствора по контуру: Р-1 → 9 → Т-3 → Х-8 → Р-2 → 10 → Т-5 → З-6 → Ф-7 → Р-1 со скоростью 200 л/ч. Включают электролизер (нагрузка 73 А, напряжение 4 В) и подают аллилхлорид со скоростью 183,5 г/ч, хлор (Cl_2) 68,5 г/ч и воду 54,1 г/ч. Температура в контуре 20°C. Из сепаратора Х-8 постоянно со скоростью 295,1 г/ч отбирают органическую фазу, содержащую, мас. %: аллилхлорид (АХ) 11,08; эпихлоргидрин (ЭХГ) 0,3; трихлорпропан (ТХП) 3,22; ДХГГ 80,25; хлорэфиры (ХЭ) 2,37;

неидентифицированная органика (ЕХ) 2,78. Выход ДХГГ на превращенный АХ 88%.

Пр и м е р 2. Процесс осуществляют аналогично примеру 1, загружая в циркуляционный контур насыщенный раствор ДХГГ, содержащий 10 г/л HCl . Вместо Cl_2 в систему подают 20%-ный водный раствор HCl (216 г/ч). При погрузке на электролизер 57 А и напряжении 3,4 В. Скорость подачи АХ составляет 56 г/ч. Подачу воды осуществляют из расчета поддержания постоянного объема реакционной смеси в циркуляционном контуре. Температура циркулирующей реакционной смеси 15°C. Из сепаратора Х-8 со скоростью 93,42 г/час отбирают органическую фазу состава, мас. %: АХ 7,11; ЭХГ 0,33; ТХП 4,8; ДХГГ 84,58; ХЭ 0,28; ЕХ 0,28. Выход ДХГГ 89,7%.

Пр и м е р 3. Процесс осуществляют аналогично примеру 1, загружая в циркуляционный контур насыщенный раствор ДХГГ, содержащий 10 г/л HCl . Вместо Cl_2 в систему подают хлорид натрия со скоростью 85,8 г/ч при нагрузке на электролизер 65 А и напряжении 3,8 В. Температура циркулирующей реакционной смеси 15-17°C. Подача АХ 70,2 г/ч. Из сепаратора Х-8 со скоростью 112 г/ч отбирают органическую фазу состава, мас. %: АХ 12,09; ЭХГ 0,64; ТХП 5,18; ДХГГ 80,05; ХЭ 0,3; ЕХ 1,74. Выход ДХГГ 89%.

Пр и м е р 4. Процесс осуществляют аналогично примеру 1, загружая в циркуляционный контур 4,0 л насыщенного по стиролхлоргидрину водного раствора с содержанием HCl 3,55 г/л. В течение всего опыта в систему подают HCl 67,5 г/ч; стирол 99 г/ч и воду для поддержания постоянного объема реакционной смеси. Нагрузка на электролизер 70 А, напряжение 3,9 В. Температура 20-23°C. Из сепаратора Х-8 со скоростью 99,2 г/ч отбирают органическую фазу состава, мас. %: стирол 1,26; стиролхлоргидрин 94,71; дихлорстирол 2,12; ЕХ 1,91. Выход стиролхлоргидрина 64%.

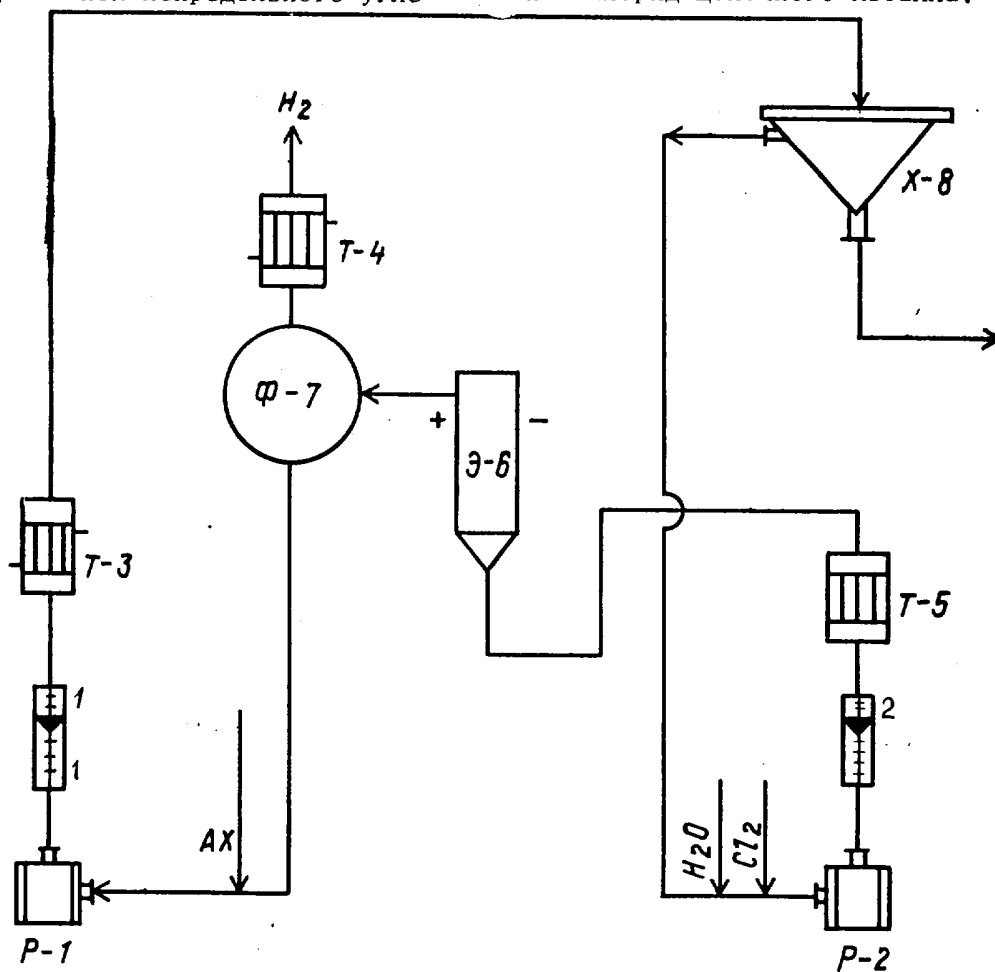
Пр и м е р 5. Процесс осуществляют аналогично примеру 1, загружая в циркуляционный контур 4 л насыщенного по пропиленхлоргидрину водного раствора с содержанием HCl 10 г/л. В течение всего опыта в систему пода-

15

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве источника хлора в циркулирующем кислом растворе используют хлорид водорода или хлорид щелочного металла.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ получения хлоргидринов взаимодействием неперделъного угле-



Подписное

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4