



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENT-SCHRIFT 144 673

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11) 144 673 (44) 29.10.80 3(51) C 08 G 63/16
(21) WP C 08 G / 213 997 (22) 29.06.79

(71) siehe (72)

(72) Vishnyakov, Mikhail V.; Nosovsky, Jury E.; Barshtein, Rema S.; Sverdlik, Vladimir I.; Scherbakov, Vladimir S.; Bajurov, Vladimir V.; Gorbunova, Vera G.; Afanasieva, Irina N.; Kalinina, Valentina E., SU

(73) siehe (72)

(74) Internationales Patentbüro Berlin, 1020 Berlin, Wallstraße 23/24

(54) Verfahren zur Herstellung von Polyestern mit Glykolen und Dikarbonsäuren

(57) Ziel des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung von Polyestern mit Glykolen und Dikarbonsäuren ist es, die Rohstoff-Verbrauchsnormen zu vermindern, den Prozeß zu vereinfachen und seine Dauer zu verkürzen. Das soll durch Steuerung der Entwässerungsbedingungen für die Ausgangsstoffe erfolgen. Erfindungsgemäß geht die Umesterung von Dikarbonsäuredialkylestern mit Glykolen in einem Umesterungsreaktor bei einer zwischen 150 und 250 °C liegenden Temperatur und einem Druck von 760 Torr bis 5 Torr Restdruck vor sich. Vor der Umesterung erfolgt in demselben Reaktor die Entwässerung des Ausgangs-Reaktionsgutes dadurch, daß man dem angegebenen Reaktionsgut einen Bestandteil, der mit Wasser das Azeotropgemisch bildet, in einer Menge von 3 bis 15%, vorzugsweise 5 bis 10%, bezogen auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgutes, zugibt und dann bei einer 100 °C nicht übersteigenden Temperatur und einem Druck von 760 Torr bis 20 Torr Restdruck das Azeotropgemisch abdestilliert. Die hergestellten Polyester dienen hauptsächlich als Weichmacher für verschiedene Polymere. Sie werden ebenfalls in Kabelplastikaten, bei der Herstellung von Linoleum, öl- und benzinbeständigen Kraftstoffleitungen in Traktoren und Kraftwagen, Dichtungen für Kühler u.ä.m. verwendet.

213997 -1-

Verfahren zur Herstellung von Polyestern mit Glykolen und Dikarbonsäuren

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf Verfahren zur Herstellung von Polyestern mit Glykolen und Dikarbonsäuren mit einem Molekulargewicht von 600 bis 8000 durch Umesterung von Dikarbonsäuredialkylestern mit Glykolen. Die Reaktionsprodukte dienen hauptsächlich als Weichmacher für verschiedene Polymere, vorzugsweise für Polyvinylchlorid, Zellulosenitrat, Gummi. Sie werden ebenfalls in Kabelplastikaten, bei der Herstellung von Linoleum, öl- und benzinbeständigen Kraftstoffleitungen in Traktoren und Kraftwagen, Dichtungen für Kühler u. ä. m. verwendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist ein Verfahren zur Herstellung von Polyäthylenglykolterephthalat durch Umesterung von Dimethylterephthalat mit Äthylenglykol bei einer zwischen 150 und 200 °C liegenden Temperatur unter einem Druck von 760 Torr bis 5 Torr Restdruck bekannt. Zur Beschleunigung des Umesterungsprozesses wird einer der Ausgangsstoffe, und zwar Äthylenglykol vor der Umesterung entwässert. Die Entwässerung von Äthylenglykol erfolgt in einem Einzelapparat durch Erhitzen im Vakuum auf eine zwischen 120 und 160 °C liegende Temperatur unter Destillation des Glykol-Wasser-Gemisches. Im Laufe der

213997 -2-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

Entwässerung werden 2 bis 20 % Äthylenglykol (siehe DDR-Patentschrift Nr. 73652, Klasse 39c 16; C08 g) abgetrieben.

Das bekannte Verfahren zur Herstellung von Polyestern weist wesentliche Nachteile auf:

1. Die Durchführung der Entwässerung als Einzelstufe im Einzelapparat führt dazu, daß der Prozeß im Ganzen kompliziert wird, zusätzliche Ausrüstungen erfordert werden und die Gesamtdauer des Prozesses um 5 bis 10 % verlängert wird.
2. Der Entwässerung wird nur einer der Reaktionsstoffe, und zwar Glykol unterworfen, obwohl der handelsübliche Dikarbonsäuredialkylester, wie die Untersuchungen gezeigt haben, 0,005 bis 0,30 % Wasser enthält. Wegen Ausnutzung von nichtgetrocknetem Diester kommt es zur teilweisen Hydrolyse des Umesterungskatalysators, besonders im Falle der Ausnutzung eines diesterlöslichen Katalysators (zum Beispiel n-Dibutylzinndikaprylat) sowie zur Verlängerung des Prozesses um das 1,8 bis 2fache.
3. Während der Entwässerung gehen 2 bis 20 % Glykol, abdestilliert als Glykol-Wasser-Gemisch, verloren.

Ziel der Erfindung

Die vorliegende Erfindung bezweckt die Entwicklung eines Verfahrens zur Herstellung von Polyestern mit Glykolen und Dikarbonsäuren, welches die Rohstoff-Verbrauchsnormen ver-

21 3997 -3-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

mindert, den Prozeß vereinfacht und seine Dauer verkürzt.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung wurde die Aufgabe zugrunde gelegt, im Verfahren zur Herstellung von Polyestern mit Glykolen und Dikarbonsäuren durch Umesterung von Dikarbonsäuredialkylestern mit Glykolen die Entwässerungsbedingungen für die Ausgangsstoffe so zu verändern, daß die Rohstoff-Verbrauchsnormen vermindert werden, der Prozeß im Ganzen vereinfacht und seine Dauer verkürzt wird.

In Übereinstimmung mit dem genannten Ziel bzw. der genannten Aufgabe besteht die Erfindung darin, daß ein Verfahren zur Herstellung von Polyestern mit Glykolen und Dikarbonsäuren durch Umesterung von Dikarbonsäuredialkylestern mit Glykolen in einem Umesterungsreaktor bei einer zwischen 150 und 250 °C liegende Temperatur und einem Druck von 760 Torr Restdruck unter Entwässerung des Ausgangs-Reaktionsgutes vor dem Umesterungsprozeß vorgeschlagen wird, wobei erfindungsgemäß die Entwässerung im gleichen Reaktor dadurch verwirklicht wird, daß man dem Ausgangs-Reaktionsgut einen Bestandteil, der mit Wasser ein azeotropes Gemisch bildet, in einer Menge von 3 bis 15 %, vorzugsweise 5 bis 10 %, bezogen auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgutes, zusetzt und dann das azeotrope Gemisch bei einer 100 °C nicht übersteigenden Temperatur und einem Druck von 760 Torr bis 200 Torr Restdruck destilliert.

Die experimentiell ermittelte Menge des Bestandteils, der

mit Wasser das azeotrope Gemisch bildet, und zwar 3 bis 15 %, sichert die optimalen Bedingungen bei der Durchführung des Prozesses. Benutzt man eine kleiner als 2 % betragende Menge, so tritt erstens das teilweise von Glykol mit dem abdestillierbaren azeotropen Gemisch auf, und zweitens wird die Entwässerung des Reaktionsgutes bei höheren Temperaturen vollendet, was die Hydrolyse des Umesterungskatalysators hervorruft. Die Verwendung einer über 15 % höher liegenden Menge vergrößert den Verbrauch an Wärme und Kältemittel, vermindert das effektive Volumen der Reaktionsanlage und ergibt so den technologischen Effekt nicht.

Als Bestandteil, der zur Entwässerung des Ausgangs-Reaktionsgutes dient, kann man beliebige Verbindungen verwenden, die mit Wasser ein azeotropes Gemisch bilden. Es sind vorzugsweise aliphatische einwertige Alkohole mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, und zwar solche Alkohole, die zu den Ausgangs-Diestern gehören. Das aus dem Reaktionsgut während der Entwässerung abdestillierbare Azeotropgemisch und das im Laufe der Synthese abgetriebene Reaktionsnebenprodukt, der aliphatische einwertige Alkohol, welcher zu dem entsprechenden Ausgangs-Diestern gehört, lassen sich in diesem Falle in ein und dieselbe Vorlage zuführen und dann ohne zusätzliche Reinigung wiederholt verwenden.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von Polyestern hat folgende Vorteile:

1. Die Durchführung der Entwässerung mit der Umesterung im gleichen Reaktor gestattet, die apparative Gestaltung

des Prozesses zu vereinfachen, die Prozeßdauer um 5 bis 10 % zu verkürzen und den Energieaufwand herabzusetzen, weil die Entwässerung während der Anlaufzeit des Reaktors (d. h. während des Anheizens des Reaktors) erfolgt.

2. Die Hydrolyse des Katalysators wird vermieden, deshalb sinkt seine Aktivität nicht, was die Prozeßdauer um das 1,8- bis 2fache ebenfalls verkürzt.
3. Während der Entwässerung kommt es nicht zur Destillation des Glykol-Wasser-Gemisches, wodurch die Glykol-Verbrauchsnormen um 2 bis 20 % herabgesetzt werden können.
4. Die Ausnutzung von zum Ausgangs-Dikarbonsäuredialkylester gehörenden aliphatischem einwertigem Alkohol als Bestandteil, der das Azeotropgemisch mit Wasser bildet, ermöglicht es, die Alkohol-Verbrauchsnormen um 2 bis 4 % durch Wegfall der Reinigung von Alkohol zu vermindern.

Die Anlage, in der die vorgeschlagene Erfindung realisiert werden kann, besteht aus einem periodisch oder kontinuierlich betriebenen Reaktor und einem Trennsystem für aus dem Reaktor strömende Dämpfe. Als Reaktor kann eine beliebige Veresterungsapparatur wie Blase, mehrteiliger Apparat, Kaskade aus Reaktoren dienen. Das Trennsystem kann man zum Beispiel als Rektifizierkolonne (Füllkörperkolonne oder Bodenkolonne) in Verbindung mit einem Reaktor ausführen.

Zur Herstellung der Polyester bringt man in den Reaktor den Dikarbonsäuredialkylester, Glykol, den Umesterungskatalysator

213997 -6-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

und das Azeotropgemisch mit Wasser ein. Dann wird das Reaktionsgut bei einem Druck von 760 bis 200 Torr auf eine zwischen 150 und 250 °C liegende Temperatur erhitzt. Während der Erhitzung wird das Reaktionsgut durch Destillation des Wassers und des Bestandteils, der mit Wasser das Azeotropgemisch bildet, entwässert. Die Entwässerung wird bei einer 100 °C nicht übersteigenden Temperatur vollendet. Erreicht die Temperatur des Reaktionsgutes 150 bis 250 °C, wird die Erhitzung beendet und die Umesterung bei der angegebenen Temperatur unter einem Druck von 760 Torr bis 5 Torr Restdruck durchgeführt.

Das im Laufe der Umesterung entstehende Dampfgemisch von Glykol und aliphatischem einwertigem Alkohol wird in Glykol und Alkohol in der Rektifizierkolonne getrennt. Aus der Kolonnenblase führt man das Glykol kontinuierlich in den Prozeß zurück. Alkoholdämpfe werden in einem Kühlkondensator kondensiert, ein Teil des Kondensates kommt zur Berieselung der Kolonne, während der restliche Alkohol aus dem Prozeß entnommen wird.

Als Ausgangs-Dikarbonsäuredialkylester lassen sich im erfindungsgemäßen Verfahren verschiedene Ester aliphatischer und aromatischer Säuren wie Phthal-, Adipin-, Sebazinsäure und aliphatischer einwertiger Alkohole wie Methyl- und Butylalkohol verwenden.

Als Glykole können zum Beispiel Äthylenglykol, Diäthylenglykol und 1,2-Propylenglykol in Frage kommen.

213997 -7-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

Als Katalysator dienen beliebige Umesterungskatalysatoren, beispielsweise Tetrabutoxytitan, Zinkacetat, n-Dibutylzinndikaprylat, Aktivkohle, Zinkacetat-Aktivkohle-Gemisch, n-Dibutylzinndikaprylat-Aktivkohle-Gemisch.

Als mit Wasser das Azeotropgemisch bildende Bestandteile kann man zum Beispiel aliphatische einwertige Alkohole mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, Benzol, Toluol, 1,4-Dioxan benutzen.

Ausführungsbeispiele

Zum besseren Verstehen der vorliegenden Erfindung werden folgende Beispiele zu ihrer konkreten Ausführung angeführt:

Beispiel 1

In einer periodisch betriebenen Anlage, enthaltend 10 l große Blase mit Rührwerk, Heiz- und Kühlmantel und Füllkörperkolonne, erhält man Polydiäthylenglykoladipat durch Umesterung von Dibutyladipat mit Diäthylenglykol in Anwesenheit des katalytisch wirkenden n-Dibutylzinndikaprylat-Aktivkohle-Systems. Als Bestandteil, der mit Wasser das Azeotropgemisch bildet, dient n-Butylalkohol.

In den Reaktor bringt man 5800 g Dibutyladipat, 2400 g Diäthylenglykol, 1230 g (15 %, bezogen auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgutes) n-Butylalkohol, 5,15 g n-Dibutylzinndikaprylat und 145 g Aktivkohle ein. Nach der Beendi-

213997 -8-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

gung der Beschickung setzt man den Druck im System auf 40 Torr Restdruck herab und beginnt das Reaktionsgut auf 250 °C zu erhitzen. Die Entwässerung des Reaktionsgutes erfolgt während der Erhitzung. Das Dampfgemisch von n-Butylalkohol und Wasser, das während der Entwässerung aussiedet, wird aus dem Prozeß abgezogen. Erreicht die Temperatur des Reaktionsgutes 95 °C, beendet man die Destillation des Glykol-Wasser-Gemisches. Diäthylenglykol wurde im Destillat nicht nachgewiesen.

Nach dem Erreichen einer Reaktortemperatur von 250 °C vermindert man den Restdruck auf 25 Torr und führt den Umesterungsprozeß unter den angegebenen Bedingungen durch. Der Prozeß wird nach 270 min Erhitzen des Reaktionsgutes beendet, falls die Hydroxylzahl des Reaktionsgutes 0,3 % erreicht.

Vergleichsweise wird in der oben beschriebenen Anlage die ähnliche Synthese nach der bekannten Technologie vorgenommen. Im voraus verwirklicht man die Entwässerung von Diäthylenglykol in einem Einzelapparat. Dazu bringt man in den genannten Apparat 2560 g Diäthylenglykol ein und entwässert es durch Destillation des Glykol-Wasser-Gemisches bei 150 °C und 10 Torr Restdruck. Als Bestandteil des Glykol-Wasser-Gemisches werden 160 g Diäthylenglykol (6,25 %, bezogen auf das Gewicht der Ausgangs-Beschickung) abdestilliert. Die Prozeßdauer betrug 60 min. Nach der Beendigung der Entwässerung von Diäthylenglykol wird es in den Umesterungsreaktor beschickt. In den gleichen Reaktor bringt man 5800 g Dibutyladipat, 5,15 g n-Dibutylzinndikaprylat und 145 g Aktivkohle

213997 -9-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

ein und führt die Umsetzung bei 250 °C unter 25 Torr Restdruck durch, Die Zeit, in der die Hydroxylzahl des Reaktionsgutes 0,3 % erreicht hatte, betrug 300 min und die Gesamtzeit des Prozesses 480 min.

Um die Güte von Polyestern, erhalten nach dem erfindungsgemäßen und dem bekannten Verfahren, zu vergleichen, entnimmt man während der beiden Arbeitsgänge Proben und führt ihre qualitative Analyse durch. Die Ergebnisse sind in der Tabelle zusammengestellt.

Tabelle

Gütwerte	erfindungs- gemäßes Ver- fahren	bekanntes Verfahren
Farbzahl nach der Fe-Cu-Co-Skala	Nr. 3	Nr. 4
Hydroxylzahl, %	0,3	0,3
Viskosität bei 25 °C, cP	30000	26500
Molekulargewicht	8000	7600
Säurezahl, mg KOH/g	2,5	3,2

In den im Beispiel 1 beschriebenen Anlagen erhält man Polyäthylenglykolkophthalat durch Umesterung von Dimethylphthalat mit Äthylenglykol in Anwesenheit von Tetrabutoxytitan als Katalysator. Als Bestandteil, der mit Wasser das Azeotropgemisch bildet, benutzt man 1,4-Dioxan.

213997 -10-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

In den Reaktor bringt man 6200 g Dimethylphthalat, 2300 g Äthylenglykol, 8,05 g Tetrabutoxytitan und 850 g (10 %, bezogen auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgutes) 1,4-Dioxan ein. Nach der Beendigung der Beschickung setzt man den Druck im System auf 20 Torr Restdruck herab und beginnt das Reaktionsgut aus 150 °C zu erhitzen. Die Destillation des Azeotropgemisches von 1,4-Dioxan mit Wasser wird bei 30 °C beendet. Äthylenglykol wurde im Destillat nicht nachgewiesen.

Nach dem Erreichen der Reaktortemperatur von 150 °C wird der Restdruck auf 10 Torr erniedrigt und der Umesterungsprozeß unter den angegebenen Bedingungen durchgeführt. Der Prozeß wird nach 360 min Erhitzen des Reaktionsgutes beendet, wenn die Hydroxylzahl des Reaktionsgutes 0,3 % erreicht.

Im Ergebnis erhält man den Polyester mit folgenden Kennwerten: Farbzahl nach der Fe-Cu-Co-Skala Nr. 3, Molekulargewicht 1000, Viskosität bei 25 °C 250 cP, Säurezahl 1,5 mg KOH/g.

Beispiel 3

In der im Beispiel 1 beschriebenen Anlage erhält man Polydiäthylenglykoladipat durch Umesterung von Dibutyladipat mit Diäthylenglykol in Anwesenheit des katalytisch wirkenden Zinkacetat-Aktivkohle-Systems. Als Bestandteil, der mit Wasser das Azeotropgemisch bildet, benutzt man Benzol.

213997 -11-

4.1.1980

WP C 08G/213 997

55 736 / 12

In den Reaktor bringt man 5800 g Dibutyladipat, 1980 g Diäthylenglykol, 21 g Zinkazetat, 42 g Aktivkohle und 390 g (5 %, bezogen auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgutes) Benzol ein. Nach der Beendigung der Beschickung setzt man den Druck im System auf 500 Torr Restdruck herab und beginnt das Reaktionsgut auf 190 °C zu erhitzen. Die Destillation des Benzol-Wasser-Azeotropgemisches wird bei 70 °C beendet, Diäthylenglykol wurde im Destillat nicht nachgewiesen.

Nach dem Erreichen der Reaktortemperatur von 190 °C wird der Restdruck auf 5 Torr erniedrigt und der Umesterungsprozeß unter den angegebenen Bedingungen durchgeführt. Den Prozeß beendet man nach 210 min Erhitzen des Reaktionsgutes, wenn die Hydroxylzahl des Reaktionsgutes 0,3 % erreicht.

Im Ergebnis erhält man den Polyester mit folgenden Kennwerten: Farbzahl nach der Fe-Cu-Co-Skala Nr. 2 Molekulargewicht 1500, Viskosität bei 25 °C 350 cP, Säurezahl 2 mg KOH/g.

Beispiel 4

In der im Beispiel 1 beschriebenen Anlage erhält man Polypropylenglykolsebazat durch Umesterung von Dibutylsebazat mit 1,2-Propylenglykol in Anwesenheit von Zinkazetat als Katalysator. Als Bestandteil, der mit Wasser das Azeotropgemisch bildet, dient n-Butylalkohol.

In den Reaktor bringt man 6200 g Dibutylsebazat, 1150 g 1,2-Propylenglykol, 19,5 g Zinkazetat und 220 g (3 %, bezogen

213997 -12-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgemisches) n-Butylalkohol ein. Nach der Beendigung der Beschickung beginnt man das Reaktionsgut unter Atmosphärendruck (760 Torr) zu erhitzen. Die Destillation des Gemisches von Wasser mit n-Butylalkohol wird bei einer Temperatur von 100 °C beendet. 1,2-Propylenglykol wurde im Destillat nicht nachgewiesen.

Nach dem Erreichen der Reaktortemperatur von 200 °C beendet man das Erhitzen des Reaktionsgutes und führt den Umesterungsprozeß bei der angegebenen Temperatur und Atmosphärendruck durch. Der Prozeß wird nach 370 min Erhitzen des Reaktionsgutes beendet, wenn die Hydroxylzahl des Reaktionsgutes 0,35 % erreicht.

Im Ergebnis erhält man den Polyester mit folgenden Kennwerten: Farbzahl nach der Fe-Cu-Co-Skala Nr. 3, Molekulargewicht 600, Viskosität bei 25 °C 150 cP, Säurezahl 2,5 mg KOH/g.

Beispiel 5

In der im Beispiel 1 beschriebenen Anlage erhält man Polypropylenglykoladipat durch Umesterung von Dibutyladipat mit 1,2-Propylenglykol in Anwesenheit des katalytisch wirkenden n-Dibutylzinndikaprylat-Aktivkohle-Systems. Als Bestandteil, der mit Wasser das Azeotropgemisch bildet, dient Toluol.

In den Reaktor bringt man 6000 g Dibutyladipat, 1520 g 1,2-Propylenglykol, 5,5 g n-Dibutylzinndikaprylat, 155 g Aktivkohle und 540 g (7 %, bezogen auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgutes) Toluol ein. Nach der Beendigung

213997 -13-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

der Beschickung setzt man den Druck im System auf 600 Torr Restdruck herab und beginnt das Reaktionsgut auf 210 °C zu erhitzen. Die Destillation des Toluol-Wasser-Gemisches wird bei 82 °C vollendet. 1,2-Propylenglykol wurde im Destillat nicht nachgewiesen.

Nach dem Erreichen der Reaktortemperatur von 210 °C wird der Restdruck auf 25 Torr erniedrigt und der Umesterungsprozeß unter den angegebenen Bedingungen durchgeführt. Man beendet den Prozeß nach 320 min Erhitzen des Reaktionsgutes, wenn die Hydroxylzahl des Reaktionsgutes 0,3 % erreicht.

Im Ergebnis erhält man den Polyester mit folgenden Kennwerten: Farbzahl nach der Fe-Cu-Co-Skala Nr. 3, Molekulargewicht 2550, Viskosität bei 25 °C 1200 cP, Säurezahl 1,8 mg KOH/g.

213997 -14-

4.1.1980

WP C 08 G/213 997

55 736 / 12

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Polyestern mit Glykolen und Dikarbonsäuren durch Umesterung von Dikarbonsäuredialkylestern mit Glykolen in einem Umesterungsreaktor bei einer zwischen 150 und 250 °C liegenden Temperatur und einem Druck von 760 Torr bis 5 Torr Restdruck unter Entwässerung des Ausgangs-Reaktionsgutes vor Umesterung, gekennzeichnet dadurch, daß die Entwässerung in demselben Reaktor dadurch verwirklicht wird, daß man dem Ausgangs-Reaktionsgut einen Bestandteil in einer Menge von 3 bis 15 %, bezogen auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgutes, zugibt, der mit Wasser ein Azeotrop bildet, und dann das Azeotropgemisch bei einer 100 °C nicht übersteigenden Temperatur und einem Druck von 7600 Torr bis 20 Torr Restdruck abdestilliert.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der mit Wasser das Azeotropgemisch bildende Bestandteil in einer Menge von 5 bis 10 %, bezogen auf das Gewicht des Ausgangs-Reaktionsgutes, verwendet wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 bis 2, gekennzeichnet dadurch, daß als Bestandteil, der mit Wasser das Azeotropgemisch bildet, aliphatische einwertige Alkohole mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen eingesetzt werden.