

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48 251

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 14. VI. 1962 (P 99 053)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 11. V. 1964

Kl. 12 o 5/03

MKP C 07 c 3122

UKD

BIBLIOTEKA

Urzedu Patentowego

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Lidia Jakubowicz, mgr inż. Norbert Łapacz

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia
Śląska (Polska)

Sposób otrzymywania syntetycznej gliceryny z alkoholu allilowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania gliceryny przez działanie na alkohol allilowy wodą utlenioną wobec soli sodowej kwasu wolframowego jako katalizatora.

Znane są sposoby otrzymywania syntetycznej gliceryny polegające na reakcji hydroksylacji alkoholu allilowego wodą utlenioną w obecności kwasu wolframowego jako katalizatora.

Jako katalizatory stosowane są również różne związki kwasu wolframowego, na przykład wolframian sodu z dodatkiem kwasu mineralnego. Hydroksylację alkoholu allilowego do gliceryny w obecności tych katalizatorów, w znanych sposobach, prowadzi się w środowisku kwaśnym przy wartości $\text{pH} = \text{około } 2-4$, w kilku etapach przy wzrastającej temperaturze reakcji.

Niedogodnością opisanych sposobów jest tworzenie się w kwaśnym środowisku reakcji dużej ilości produktów ubocznych jak na przykład aldehydów, estrów, eterów, acetalu, co powoduje obniżenie wydajności gliceryny do 80–85%. Jednocześnie kwaśne środowisko reakcji powoduje szybką korozję aparatury i stwarza dodatkowe trudności technologiczne.

Sposób według wynalazku pomija opisane niedogodności i trudności oraz umożliwia wytwarzanie gliceryny z wydajnością około 90%.

Sposób według wynalazku polega na utlenianiu wodą utlenioną alkoholu allilowego do gliceryny w obecności jako katalizatora soli sodowej kwasu wol-

2

framowego w procesie dwuetapowym, przy wzrastającej temperaturze reakcji, przy czym w pierwszym etapie procesu przeprowadza się epoksydację alkoholu allilowego do glicydotu przy wartości $\text{pH} = \text{około } 7$, w obecności kwaśnego wolframianu sodu, utrzymując do przereagowania około 50–60% wody utlenionej, temperaturę 30–45°C, a następnie do przereagowania około 80% wody utlenionej temperaturę 40–60°C, a w drugim etapie prowadzonym przy wartości $\text{pH} = \text{około } 2$, w obecności kwasu wolframowego, kwasu mineralnego i soli sodowej kwasu mineralnego, w temperaturze 70–90°C, przeprowadza się równocześnie bezpośrednią hydroksylację nieprzereagowanego jeszcze alkoholu allilowego do gliceryny i hydrolizę glicydotu do gliceryny. Stosowany w procesie jako katalizator kwaśny wolframian sodu otrzymywany jest przez rozpuszczenie w temperaturze około 80°C 1 drobiny kwasu wolframowego w 1 moli NaOH użytego w postaci około 10%-owego wodnego roztworu. Po rozcieńczeniu wodą i ochłodzeniu katalizator miesza się z wodą utlenioną, z którą tworzy trwałą zawiesinę. Opisany proces rozpuszczania katalizatora nie powoduje strat wody utlenionej a dobór tworzywa nie sprawia żadnych kłopotów ze względu na neutralne środowisko reakcji.

Sposób według wynalazku ilustruje poniższy przykład.

Przykład. Do 8 moli wody dodaje się 0,007 mola H_2WO_4 i 0,007 mola NaOH i całość ogrzewa się

w temperaturze 70°C przez około 30 minut. Następnie dodaje się 32 mole wody destylowanej, 2 mole alkoholu allilowego i 1 mol H_2O_2 . Taka mieszanina reakcyjna wykazuje pH = około 7. Mieszaninę tę przeprowadza się w sposób ciągły przez 3 reaktory. W pierwszym reaktorze utrzymuje się temperaturę 30—45°C, w drugim 40—60°C, w trzecim 70—90°C. Do trzeciego reaktora dozuje się taką ilość rozcieńczonego kwasu mineralnego, aby pH mieszaniny reakcyjnej spadło do około 2. Czas przebywania w każdym reaktorze wynosi około 100 minut. Wydajność procesu 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania syntetycznej gliceryny przez działanie wodą utlenioną na alkohol allilowy

w procesie dwuetapowym przy wzrastającej temperaturze wobec soli sodowej kwasu wolframowego jako katalizatora znamieny tym, że w pierwszym etapie procesu przeprowadza się epoksydację alkoholu allilowego do glicydolu przy wartości pH = około 7 w obecności kwaśnego wolframianu sodu przy czym do przereagowania około 50—60% wody utlenionej utrzymuje się temperaturę 30—45°C a następnie do przereagowania około 80% wody utlenionej temperaturę 40—60°C, a w drugim etapie prowadzonym przy wartości pH = około 2 w obecności kwasu wolframowego, kwasu mineralnego i soli sodowej kwasu mineralnego, w temperaturze 70—90°C przeprowadza się równocześnie bezpośrednią hydroksylację nieprzereagowanego jeszcze alkoholu allilowego do gliceryny i hydrolizę glicydolu do gliceryny.