



Patent dodatkowy
do patentu 50365

Zgłoszono: 28.V.1969 (P 133 859)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.VIII.1972

Kl. 12o,5/03

MKP C07c 31/34

UKD

Współtwórcy wynalazku: Krystyna Szafraniak, Jerzy Myszkowski,
Antoni Zbigniew Zieliński

Właściciel patentu: Politechnika Szczecińska, Szczecin (Polska)

Sposób wytwarzania dwuchlorohydryn glicerynowych

1

Przedmiotem patentu Nr 50365 jest sposób wytwarzania dwuchlorohydryn glicerynowych z chlorku allilu i kwasu podchlorawego, przez wprowadzanie chlorku allilu w postaci pary do roztworu reakcyjnego w temperaturze 45—65°C.

Stwierdzono, że w podobny sposób, zmieniając jedynie warunki syntezy można otrzymać również dwuchlorohydryny β -metyloglicerynowe z chlorku metallilu. Ze względu na wyższą temperaturę wrzenia chlorku metallilu: 72°C w stosunku do chlorku allilu: 45°C podniesiono temperaturę roztworu reakcyjnego do 65—85°C.

Wadą dotychczas znanych metod otrzymywania dwuchlorohydryn β -metyloglicerynowych jest to, że chlorek metallilu wprowadza się do wody chlorowej w fazie ciekłej, co powoduje tworzenie się odrębnej fazy organicznej, która sprzyja nadmier-nemu powstawaniu niepożądanych produktów ubocznych powstających głównie przez przyłączenie się elementarnego chloru do chlorku metallilu.

Sposobem według wynalazku chlorek metallilu wprowadza się w postaci pary przez bełkotkę do roztworu reakcyjnego w temperaturze 65—85°C.

Zaletą tego sposobu jest przede wszystkim to, że chlorek metallilu reaguje z kwasem podchlorawym na granicy faz, nie tworząc fazy ciekłej, przez co ogranicza się możliwość zajścia reakcji między chlorkiem metallilu a chlorem elementarnym, a tym samym zwiększa się znacznie wydajność procesu.

2

Ponadto zastosowanie podwyższonej temperatury procesu wpływa korzystnie na stopień hydrolizy chloru w kierunku kwasu podchlorawego oraz na szybkość reakcji chlorohydroksylowania.

5 Przykład. Do reaktora o pojemności 0,5 l napełnionego wodą wprowadza się w fazie gazowej chlorek metallilu i chlor w stosunku molowym 1:1 z szybkością 0,9 mola/litr. godzinę. Chlor wprowadzany jest w temperaturze pokojowej, pa-
10 ry chlorku metallilu w temperaturze 80°C.

Wodę doprowadza się na szczyt kolumny chlo-
rowej z taką szybkością, aby utrzymać w roztwo-
rze stężenie kwasu solnego 0,35 n, co odpowiada
15 stężeniu 0,17 mol/litr dwuchlorohydryn β -metylo-
glicerynowych. Roztwór produktów reakcji odbie-
rany jest w sposób ciągły przelewem umieszczo-
nym w górnej części kolumny obiegowej, a pro-
dukt uboczny, stanowiący oddzielną fazę organicz-
ną odbierany jest z dolnej części reaktora.

20 Temperaturę procesu około 85°C utrzymuje się
przez przeponowe ogrzewanie cieczy obiegowej.
Prowadząc w taki sposób proces chlorohydroksylo-
wania chlorku metallilu otrzymuje się dwuchloro-
25 hydryny β -metyloglicerynowe z wydajnością około
82% w stosunku do zużytego chlorku metallilu,
przy czym wydajność wielochloropochodnych wy-
nosi około 10%, a związków chlorokarbonylowych
30 około 7%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwuchlorohydrzyn glicerynowych z chlorku allilu i kwasu podchlorawego przez wprowadzenie par chlorku allilu do roztworu reakcyjnego według patentu Nr 50365, **znamien-**

ny tym, że jako chlorek allilu stosuje się chlorek metallilu, który wprowadza się do roztworu reakcyjnego w temperaturze 65—85°C, przy czym jako produkt reakcji otrzymuje się dwuchlorohydryny β -metyloglicerynowe.