



Patent dodatkowy
do patentu 50 365

Zgłoszono: 13.XII.1965 (P 112 021)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 8.III.1968

Kl. 12 o, 5/03

MKP C 07 ^C

UKD

31/34

Współtwórcy wynalazku: Antoni Zbigniew Zieliński, Jerzy Myszkowski,
Józef Bukała, Zbigniew Gonczarek, Romuald
Sierbin

Właściciel patentu: Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego
„Rokita”, Brzeg Dolny (Polska)

Sposób wytwarzania dwuchlorohydryn glicerynowych

1

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

Dotychczas dwuchlorohydryny glicerynowe wytwarza się stosując do reakcji syntetyczny chlorek allilu, otrzymywany przez termiczne chlorowanie propylenu i oczyszczenie surowego produktu na drodze destylacji od zanieczyszczeń zarówno trudniej jak i łatwiej lotnych od chlorku allilu do zawartości składnika głównego 98%.

Stwierdzono, że mieszaninę dwuchlorohydryn glicerynowych, to jest 2,3-dwuchloropropanolu-1 i 1,3-dwuchloropropanolu-2 można wytwarzać wymienionym wyżej sposobem, stosując do reakcji surowy chlorek allilu, pochodzący z termicznego chlorowania propylenu, po uprzednim oddzieleniu na drodze destylacji zanieczyszczeń trudniej lotnych od chlorku allilu, wrzących w temperaturze powyżej 60°C. Zanieczyszczenia te bowiem, będące produktem ubocznych reakcji chlorowania propylenu, tworzą organiczną fazę ciekłą, która ekstrahuje z wodnego roztworu chlorek allilu i chlor w procesie chlorohydroksylowania chlorku allilu, wzmagając w ten sposób niepożądaną uboczną reakcję wytwarzania trójchloropropanu. Natomiast zanieczyszczenia łatwiej lotne od chlorku allilu, jak na przykład 1-chloropropen i 2-chloropropen, w wysokiej temperaturze chlorohydroksy-

2

lowania chlorku allilu, przechodzą w lotne związki, karbonylowe, inne zaś, jak na przykład 1-chloropropan i 2-chloropropan nie ulegają żadnym przemianom i ulatniają się z gorącego roztworu, przechodząc do gazów odlotowych, z których wykraplają się częściowo wraz z trójchloropropanem i eterami chloropropylowymi.

Korzyści z zastosowania w procesie chlorohydroksylowania surowego chlorku allilu, z którego oddziela się tylko zanieczyszczenia wyżej wrzące, bez oddzielania zanieczyszczeń łatwo lotnych, wynikają stąd, że zanieczyszczenia te można łatwo oddzielić, podczas gdy oddzielenie zanieczyszczeń łatwo lotnych jest trudne i wymaga precyzyjnych urządzeń destylacyjnych ze względu na to, że ich temperatury wrzenia są bardzo bliskie temperaturze wrzenia składnika głównego.

Sposobem według wynalazku można więc wytwarzać dwuchlorohydryny glicerynowe bez przeprowadzania trudnej i kosztownej operacji oczyszczania surowego chlorku allilu od zanieczyszczeń łatwo lotnych.

Przykład. Surowy chlorek allilu, pochodzący z wysoko temperaturowego chlorowania propylenu i zawierający około 4% niżej wrzących i około 7% wyżej wrzących ubocznych produktów chlorowania, poddaje się częściowemu oczyszczeniu, polegającemu na oddestylowaniu składników niżej wrzących i chlorku allilu od pozostałości o temperaturze wrzenia powyżej 60°C.

Skroplony destylat frakcji wrzącej poniżej 60°C poddaje się chlorohydroksylowaniu w temperaturze podwyższonej, w sposób opisany w patencie nr 50365.

~~Lotne zanieczyszczenia~~ surowca w stanie nieprzereagowanym lub przemienione w związki chlorokarbonylowe, oddestylowują razem z trójchloropropanem w temperaturze reakcji i skraplają się w chłodnicy gazów odlotowych, nie zanieczyszczając surowego produktu głównego.

W rezultacie otrzymuje się wodny roztwór produktu zawierający 0,42 mola/l dwuchlorohydrin i 0,008 mola/l związków karbonylowych oraz 0,5 mola/l chlorowodoru. Równocześnie powstaje warstwa organiczna w ilości około 6 g/l roztworu, zawierająca przeciętnie w procentach wagowych: 5% chlorku allilu, 40% trójchloropropanu, 30% dwuchlorohydrin i 25% eterów chlorowych.

Zarówno skład roztworu jak i ilość oraz skład warstwy organicznej są więc prawie takie same, jak przy użyciu czystego chlorku allilu a produkt nadaje się do przerobu na epichlorohydrinę glicerynową.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwuchlorohydrin glicerynowych z chlorku allilu i kwasu podchlorawego przez wprowadzenie do roztworu reakcyjnego chlorku allilu w postaci pary w temperaturze 45—65°C według patentu nr 50365, **znamienny tym**, że do roztworu reakcyjnego wprowadza się surowy chlorek allilu, pochodzący z termicznego chlorowania propylenu, oczyszczony od ubocznych produktów chlorowania wrzących powyżej 60°C.