

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

50999

**Patent dodatkowy
do patentu** _____

Zgłoszono: 07.II.1964 (P 103 660)

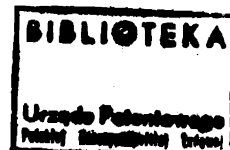
Pierwszeństwo _____

Opublikowano: 28. IV. 1966

Kl. 12 o, 10

MKP C 07 c 49/10.

UKD



Współtwórcy wynalazku: Jerzy Myszkowski, Antoni Zbigniew Zieliński, Alina Pasieczna

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Oświęcim”, Oświęcim (Polska)

Sposób wytwarzania metyloetyloketonu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania metyloetyloketonu. Według znanych sposobów o znaczeniu przemysłowym metyloetyloketon wytwarza się na drodze suchej destylacji drewna lub przez katalityczne utlenianie n-butanolu-2 lub n-butyleny. Pierwsza z wymienionych metod w zasadzie wychodzi już z użycia, a druga wymaga stosowania kosztownych katalizatorów i aparatury ze stali szlachetnych.

Znany jest od dawna fakt samorzutnego rozkładu chlorohydryny butylenowej w jej wodnych roztworach z wydzieleniem chlorowodoru. Jako produkty rozkładu powstają przy tym glikol butylenowy i metyloetyloketon.

Stwierdzono, że przez dobranie odpowiednich warunków reakcji można wpłynąć na wysoki stopień konwersji chlorohydryny do metyloetyloketonu i na wysoką selektywność reakcji (około 90%) w kierunku powstawania metyloetyloketonu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że pary chlorohydryny butylenowej uzyskane przez odparowanie jej jednocześnie z wodą przegrzewa się do około 150°C i przeprowadza się w temperaturze 170—250°C nad katalizatorem zawierającym tlenek glinowy, przy czym czas kontaktu wynosi 0,1—0,3 sek. Wzajemny stosunek chlorohydryny do wody oraz ewentualna obecność chlorowodoru w mieszaninie reakcyjnej nie wpływa prawie zupełnie na wynik procesu. Jako surowiec może być użyta zarówno chlorohydryna butylenowa nasycona wodą oddzieloną

2

na podczas jej heteroazeotropowego zateżnienia, jak też surowy rozcieńczony roztwór chlorohydryny zawierający kwas solny pochodzący z procesu chlorohydroksylowania butyleny, albo destylat tego roztworu po jego zobojętnieniu.

Przykład I. Oddzieloną z destylatu heteroazeotropowego chlorohydrynę butylenową nasyconą wodą (o zawartości około 4% wagowych wody) odparowuje się na aparacie filmowym. Mieszaninę par przegrzewa się do około 150°C i wprowadza do reaktora z ładunkiem 30 g tlenku glinowego użytego jako katalizator. Temperatura złoża wynosi 220°C, czas przepływu par przez katalizator około 0,3 sek. Produkty reakcji przechodzą do skrubera zraszane pięciokrotną ilością wody, gdzie ulegają absorpcji. Otrzymuje się roztwór wodny, zawierający 10,7% wagowych metyloetyloketonu, 0,55% glikolu butylenowego, 0,6% chlorohydryny butylenowej, 1,2% produktów kondensacji metyloetyloketonu oraz 6,2% chlorowodoru. Otrzymany roztwór rozdziela się w znany sposób przez destylację prostą lub azeotropową.

Przykład II. Chlorohydrynę butylenową odparowuje się w strumieniu pary wodnej otrzymując mieszaninę par zbliżoną do azeotropu (58% wagowych chlorohydryny). Pary te przegrzewa się do 150°C i wprowadza w temperaturze 200°C nad katalizator zawierający tlenek glinu na czas około 0,3 sek. Produkty reakcji skroplone w chłodnicy zawierają 32% wagowe metyloetyloketonu, 1,6% glikolu

butylenowego, 2% chlorohydryny butylenowej, 3% produktów polikondensacji metyloetyloketonu oraz 18% wagowych chlorowodoru. Otrzymaną mieszaninę rozdziela się jak w przykładzie I.

Przykład III. Surowy wodny roztwór chlorohydryny butylenowej o zawartości 4,1% wagowych chlorohydryny oraz 1,64% chlorowodoru odparowuje się w sposób ciągły na aparacie filmowym. Mieszaninę par przegrzewa się do około 150°C i wprowadza do reaktora jak w przykładzie II na czas około 0,2 sek. Skroplony produkt zawiera 2,2% metyloetyloketonu, 0,1% glikolu butylenowego, 0,08% chlorohydryny butylenowej, 0,36% produktów polikondensacji metyloetyloketonu oraz 3,0% chlorowodoru. Otrzymaną mieszaninę rozdziela się jak w przykładzie I.

Przykład IV. Surowy wodny roztwór chlorohydryny butylenowej zobojętnia się w temperaturze pokojowej mlekiem wapiennym do pH w granicach 5—6, po czym odparowuje niecałkowicie w sposób ciągły na aparacie filmowym. W odcieku odbiera się roztwór chlorku wapniowego a w destylacie mieszaninę par

5,67% wagowych chlorohydryny butylenowej z parą wodną. Postępując dalej jak w przykładzie III otrzymuje się roztwór zawierający 3,42% wagowych ketonu metyloetylowego, 0,158% glikolu butylenowego, 0,105% chlorohydryny butylenowej, 0,21% produktów polikondensacji metyloetyloketonu oraz 1,9% chlorowodoru. Otrzymaną mieszaninę rozdziela się jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania metyloetyloketonu na drodze rozkładu chlorohydryny butylenowej, **znamienny tym** że pary rozcieńczonego surowego roztworu chlorohydryny butylenowej wraz z obecnym w nim chlorowodorem, albo pary odkwaszonego koncentratu chlorohydryny po przegrzaniu do temperatury co najmniej 150°C przeprowadza się w temperaturze 170—250°C nad katalizatorem zawierającym tlenek glinowy w czasie 0,1—0,3 sek.