

**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

67722

UKD

Właściciel patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

1

2

Zasadniczą korzyścią techniczną wynikającą ze stosowania sposobu otrzymywania według wynalazku jest to, że umożliwia uzyskanie z pozostałości podestylacyjnej powstającej przy syntezie chlorohydrin glikoli polietylenowych niskocząsteczkowych eterów i chlorohydrin, zwłaszcza dioksanu-1,4, eteru 2,2'-dwuchlorodwuetylowego i chlorohydrin monoetylenowych. Dalszą korzyścią techniczną jest to, że sposób ten nadaje się również dla pozostałości podestylacyjnej powstającej przy destylacji surowej chlorohydriny monoetylenowej otrzymanej z tlenku etylenu i gazowego chlorowodoru, zawierającej głównie chlorohydriny niższych glikoli polietylenowych o $n = 2-3$, jak i w przypadku indywidualnych chlorohydrin glikoli polietylenowych.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładach wykonania.

Przykład I. 500 ml (567 g) pozostałości po oddestylowaniu chlorohydrzyn glikoli polietylenowych o $n = 2-5$, otrzymanych z chlorohydriny monoetylenowej i tlenku etylenu w obecności glinu jako katalizatora, umieszcza się w kolbie kulistej zaopatrzonej w termometr oraz kolumnę Vigreux o średnicy 20 mm i wysokości 500 mm z głowicą. Zawartość kolby ogrzewa się do wrzenia, odbierając jednocześnie destylat z taką szybkością, by temperatura w głowicy nie przekraczała 110–120°C. Podczas 4 godzin ogrzewania, w czasie którym temperatura masy w kolbie wzrasta od około 230 do 350°C, oddestylowuje się 435 g brunatno zabarwionej, silnie kwaśnej cieczy, którą neutralizuje się 40% roztworem węgla potasowego. Warstwę organiczną oddziela się i suszy bezwodnym węglanem potasowym. Otrzymuje się 370 g czerwono zabarwionej cieczy, z której po destylacji frakcyjnej uzyskuje się obok 106 g niżej wrzących frakcji 127 g dioksanu o temperaturze wrzenia 99–101°C, 30 g chlorohydriny monoetylenowej o temperaturze wrzenia 125–130°C i 65 g eteru dwuchlorodwuetylenowego o temperaturze wrzenia 170–175°C, co stanowi odpowiednio 18,7, 22,4, 5,3 i 11,5 procent poddanej rozkładowi termicznemu masy.

Przykład II. 400 g glikolu dwuetylenowego ogrzewa się do wrzenia w zestawie opisanym w przykładzie I, odbierając destylat z taką szybkością, by temperatura w głowicy nie przekraczała 100°C. Podczas 8,5 godzin ogrzewania, w czasie których temperatura masy w kolbie wzrasta od 175 do 253°C, oddestylowuje się 334 g cieczy, którą nieutralizuje się 50% roztworem NaOH. Po neutralizacji, oddzieleniu od soli i wysuszeniu bezwodnym węglanem potasowym, otrzymuje się 205 g jasno żółtej cieczy, z której po destylacji frakcyjnej uzyskuje się 140 g dioksanu o temperaturze wrzenia 100,5–101°C oraz 35 g eteru dwuchlorodwuetylenowego o temperaturze wrzenia 172–175°C (co odpowiada 35 i 8,8% wyjściowej chlorohydriny), obok nieznacznych

ilości niżej wrzących frakcji i chlorohydriny monoetylenowej.

Przykład III. 300 g chlorohydriny glikolu trójetylenowego ogrzewa się do wrzenia w zestawie opisanym w przykładzie I, odbierając destylat z taką szybkością, by temperatura w głowicy nie przekraczała 100°C. Podczas 4 godzin ogrzewania, w czasie którym temperatura masy w kolbie wzrasta od 227 do 342°C, oddestylowuje się 267 g cieczy, którą neutralizuje się, oddziela od soli i suszy w sposób opisany w przykładzie II. Otrzymuje się 176 g jasno żółtej cieczy, którą można poddać dalszej destylacji frakcyjnej dla wydzielenia poszczególnych składników.

Przykład IV. 300 g chlorohydriny glikolu czte-noetylenowego ogrzewa się do wrzenia w zestawie opisanym w przykładzie I, odbierając destylat z taką szybkością, by temperatura głowicy nie przekraczała 100°C. Podczas 3,5 godzin ogrzewania, w czasie których temperatura masy w kolbie wzrasta od 260 do 342°C, oddestylowuje się 277 g cieczy, którą neutralizuje się, oddziela od soli i suszy w sposób opisany w przykładzie II. Otrzymuje się 193 g jasno żółtej cieczy, którą można poddać destylacji frakcyjnej dla wydzielenia poszczególnych składników.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób jednoczesnego otrzymywania niskocząsteczkowych eterów i chlorohydrzyn z pozostałości podestylacyjnej powstającej przy syntezie chlorohydrzyn glikoli polietylenowych, względnie z indywidualnych chlorohydrzyn glikoli polietylenowych, **znamienny tym**, że pozostałość podestylacyjną powstającą przy syntezie chlorohydrzyn glikoli polietylenowych, względnie indywidualne chlorohydriny glikoli polietylenowych, poddaje się rozkładowi termicznemu w temperaturze 150–350°C i pod ciśnieniem atmosferycznym przy jednoczesnym oddestylowaniu produktów rozkładu.