

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

93 055

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 09.12.74 (P. 176299)

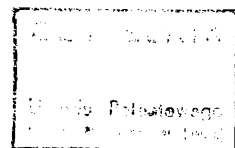
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 03.11.75

Opis patentowy opublikowano: 31.08.1978

MKP C08g 23/02

Int. Cl.² C08G 65/30



Twórcy wynalazku: Danuta Maliszewska, Lech Sekuła

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

Sposób oczyszczania surowych polieterów

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania surowych polieterów, a szczególnie polieterów zawierających dwa, lub więcej, łańcuchy polialkilenotlenkowe, zakończone grupami hydroksylowymi, od zawartego w nich wodorotlenku metalu alkalicznego. Powyższe polietera otrzymywane są działaniem tlenu alkilenowego na polialkohol w obecności katalizatora alkalicznego. Typowym przykładem takiej reakcji jest addycja tlenu propylenowego do glikolu propylenowego w obecności wodorotlenku sodowego.

Zawarty w surowym polieterze wodorotlenek metalu alkalicznego jest szkodliwy, ponieważ ogranicza stosowanie polieterów do niektórych celów, na przykład do wyrobu tworzyw poliuretanowych. Stąd wynika potrzeba oczyszczania.

Znane metody oczyszczania surowych polieterów polegają na wytrącaniu metali alkalicznych w postaci trudno rozpuszczalnych w polieterze soli, przy pomocy kwasów nieorganicznych. Stosuje się przy tym postępowanie według którego alkalia zobojętnia się wodnym roztworem kwasu, a następnie polieter zagęszcza się przez destylację do zawartości wody 0,5–3%. Wytrąconą sól oddziela się przez filtrację. Pozostałą w polieterze wodę odpędza się przy obniżonym ciśnieniu.

Inne znane metody polegają na oczyszczaniu rozcieńczonych wodą surowych polieterów na jonitach i odpędzeniu wody przez destylację.

Niedogodnością powyższych sposobów jest albo trudność otrzymywania grubokrystalicznych osadów soli metali alkalicznych, łatwych do filtracji, albo, jak w przypadku wymiany jonowej, powstawanie dużej ilości ścieków przy regeneracji jonitów oraz znaczne zużycie energii cieplnej przy zateżaniu produktów.

Celem wynalazku jest zmniejszenie tych trudności przez opracowanie sposobu oczyszczania surowego polieteru od wodorotlenku metalu alkalicznego.

Powyższy cel został osiągnięty w taki sposób, że surowy polieter, zawierający do 0,5% wagowych wodorotlenku metalu alkalicznego, miesza się z wodnym roztworem fosforanu trójsodowego, zobojętnia kwasem fosforowym, podgrzewa do 75–90°C i w tej temperaturze miesza się przez jedną godzinę w celu zemułgowania

mieszaniny, w której kwas fosforowy reaguje z wodorotlenkiem metalu alkalicznego tworząc uwodnioną sól kwasu fosforowego, trudno rozpuszczalną w polieterze. Sól ta, będąca w stanie stopionym miesza się z dodanym roztworem fosforanu trójsodowego tworząc fazę rozprószoną w polieterze. Następnie pozostawia się w spokoju przez 10 godzin bez podgrzewania, przy czym następuje rozpad emulsji i rozwarstwienie faz. Dolną warstwę tworzy nasycony wodny roztwór mieszaniny soli fosforanowych, nie krzepnący w temperaturze powyżej 40°C, górną natomiast polieter wolny od soli metali alkalicznych. Roztwór soli fosforanowych używa się do następnego procesu oczyszczania. Na 100 części surowego polieteru, zawierającego do 0,5% wagowych wodorotlenku metalu alkalicznego, stosuje się 6,5 części wagowych 60% wodnego roztworu fosforanu trójsodowego i mieszaninę zobojętnia 45% kwasem fosforowym do pH 6,5–7,5. Oczyszczony polieter zawiera 0,002–0,015% związanego chemicznie metalu alkalicznego oraz 1,6–2% wody. Zawartość zanieczyszczeń pozostałych w oczyszczonym polieterze zależy od jego budowy chemicznej.

Sposób według wynalazku może być stosowany również do oczyszczania surowych polieterów otrzymanych działaniem tlenu etylenu na addukt tlenu propylenu do glikolu propylenowego, z tym, że zawartość tlenu etylenu w drobinie polieteru nie może przekraczać 40% wagowych sumy tlenu etylenu i tlenu propylenu.

Sposób można stosować również do oczyszczania niejonowych środków powierzchniowo-czynnych, otrzymywanych działaniem niewielkiej ilości tlenu alkilenowego na związki zawierające aktywny wodór, takie jak fenole, alkohole i kwasy tłuszczowe oraz aminy.

Sposób według wynalazku wyjaśnia się w przykładach.

P r z y k ł a d I. Do reaktora z dnem stożkowym, zaopatrzonego w szybko obrotowe mieszadło, spustowy króciec denny oraz rurę wężbną ładuje się 80 kg surowego polieteru, otrzymanego w reakcji 3,38 kg glikolu monopropylenowego z 80 kg tlenu propylenu, w obecności 0,4 kg wodorotlenku sodowego jako katalizatora. Mieszając podgrzewa się do temperatury 80°C i dodaje roztwór 3 kg fosforanu trójsodowego w 2 l wody. Dodaje się nadto 45% kwas fosforowy w celu doprowadzenia pH mieszaniny do 6,5–7,5. Miesza się dalej przez jedną godzinę w temperaturze 80°C a następnie pozostawia w spokoju przez 10 godzin bez podgrzewania. Następuje obniżenie się temperatury do około 40°C oraz rozpad emulsji i rozwarstwienie faz. Górną warstwę czystego polieteru odbiera się przez rurę wężbną, a pozostały fosforan trójsodowy odbiera przez spust dolny. Otrzymuje się 80 kg polieteru zawierającego 2% wody i 0,002% wagowych sodu chemicznie związanego. Otrzymany produkt suszy się w znany sposób przez ogrzewanie przy zastosowaniu obniżonego ciśnienia.

P r z y k ł a d II. Do reaktora z przykładu I ładuje się 80 kg surowego polieteru otrzymanego przez przyłączenie 16 kg tlenu etylenu do 64 kg surowego polieteru z przykładu I. Oczyszczanie prowadzi się tak samo jak w przykładzie I. Otrzymuje się 80 kg, oczyszczonego polieteru zawierającego 2% wody i 0,015% sodu chemicznie związanego. Produkt ten stosowany jako emulgator, nie wymaga suszenia.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania surowych polieterów, otrzymanych działaniem tlenu alkilenowego na polialkohol w obecności katalizatora alkalicznego, od zawartego w nich wodorotlenku metalu alkalicznego w ilości do 0,5% wagowych, z n a m i e n n y t y m, że 100 części wagowych surowego polieteru miesza się z 6–6,5 częściami wagowymi fosforanu trójsodowego w 60% roztworze wodnym oraz 45% kwasem fosforowym dodanym w ilości potrzebnej do osiągnięcia pH mieszaniny 6,5–7,5, miesza jeszcze przez jedną godzinę w temperaturze 70–95°C, po czym pozostawia przez 10 godzin w spokoju, bez podgrzewania w celu rozwarstwienia faz czystego polieteru i wodnego roztworu soli fosforanowych, które rozdziela się w znany sposób.