

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

50365

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 18.X.1963 (P 102 773)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 18.II.1966

Kl. 12 o, 5/03

MKP C 07e 31/34

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej

Współtwórcy wynalazku: Jerzy Myszkowski, Antoni Zbigniew Zieliński

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

Sposób wytwarzania dwuchlorohydryn glicerynowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania dwuchlorohydryn glicerynowych, stosowanych jako półprodukt do wyrobu epichlorohydriny glicerynowej, gliceryny a także jako rozpuszczalnik.

Wiadomo, że dwuchlorohydryny otrzymać można na drodze reakcji ciekłego chlorku allilu z kwasem podchlorawym, otrzymywanym przez rozpuszczenie chloru w wodzie. Reakcję prowadzi się w temperaturze nie przekraczającej 40°C dodając ostrożnie i powoli ciekły chlorek allilu do roztworu wody chlorowej przy silnym mieszaniu i w takim rozcieńczeniu reagentów, aby stężenie powstałych chlorohydryn w roztworze poreakcyjnym nie przekroczyło 5%. Przez prowadzenie reakcji w takich warunkach ogranicza się również stężenie powstającego jednocześnie w ilościach równoważnych kwasu solnego, powodującego cofanie się reakcji hydrolizy chloru do kwasu podchlorawego.

Według odmiany tego sposobu powstawaniu nadmiernego stężenia kwasu solnego można zapobiegać również przez częściową neutralizację wody chlorowej za pomocą wapna lub węglanu wapniowego. Wadami tego sposobu są jednak mała szybkość, reakcji, wynikająca ze stosowania niskich temperatur, duże rozcieńczenie chlorohydryn w mieszaniu poreakcyjnej oraz konieczność dodatkowej budowy wień neutralizacyjnych w przypadku stosowania częściowej neutralizacji wapiennej.

Stwierdzono, że dwuchlorohydryny glicerynowe można wytwarzać z chlorku allilu w reakcji prze-

2

biegającej szybciej niż w znanych sposobach, z wysoką wydajnością licząc na jednostkę objętości aparatury oraz przy niskich kosztach wytwarzania, otrzymując równocześnie wyższe, 6%-owe stężenie produktu w roztworze poreakcyjnym bez potrzeby neutralizacji wody chlorowej.

Sposobem według wynalazku reakcję prowadzi się powyżej temperatury wrzenia chlorku allilu to jest w granicach 45 — 65°C, wprowadzając chlorek allilu do wody chlorowej w postaci pary przez bętkotkę lub innym znanym sposobem, stosowanym do wysycania cieczy gazem. Chlorek allilu wprowadzony w postaci pary do reaktora natychmiast reaguje z kwasem podchlorawym, nie tworząc fazy ciekłej. Ogranicza to reakcję między elementarnym chlorem i ciekłym chlorkiem allilu, która jest przyczyną ubocznego powstawania 1,2,3-trójkloropropanu.

Ponadto w sposobie według wynalazku, przez zastosowanie podwyższonej temperatury, reakcja wody z chlorem przesuwana jest korzystnie w kierunku wytwarzania kwasu podchlorawego, co umożliwia zmniejszenie się w roztworze stężenia chloru elementarnego.

Przykład. Do reaktora składającego się z dwóch połączonych górną kolumn absorbcyjnych, z których pierwsza posiada pojemność 25 l, druga zaś 15 l wprowadza się reagenty w ten sposób, że do pierwszej kolumny dozuje się w sposób ciągły wodę o temperaturze 60 — 65°C, z szybkością potrzebną do uzyskania w roztworze poreakcyjnym

chlorohydryny o stężeniu 6% wagowych oraz przez bełkotkę chlor z szybkością 2,8 kg na godzinę.

Woda chlorowa przepływa do kolumny drugiej, do której wprowadza się w sposób ciągły, również przez bełkotkę, pary chlorku allilu z szybkością 2,9 kg na godzinę, utrzymując w reaktorze temperaturę 60 — 65°C. Chlorek allilu reaguje z kwasem podchlorawym, z wytworzeniem chlorohydryn glicerynowych. Roztwór poreakcyjny wypływa w sposób ciągły z dolnej części kolumny drugiej. Chlorohydrynę wydziela się z roztworu poreakcyjnego przez destylację. W wyniku reakcji otrzymuje się

dwuchlorohydryny glicerynowe z wydajnością około 90%, przy czym wydajność 1,2,3-trójkloropropanu wynosi około 6% i związków karbonylowych około 3%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwuchlorohydryn glicerynowych z chlorku allilu i kwasu podchlorawego, **znamienny tym**, że chlorek allilu wprowadza się do roztworu reakcyjnego w postaci pary w temperaturze 45 — 65°C.