

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

94408

Patent dodatkowy
do patentu _____

MKP C08g 23/00

Zgłoszono: 09.11.74 (P. 175500)

Pierwszeństwo _____

Int. Cl.² C08G 65/30

Zgłoszenie ogłoszono: 22.05.76

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1977

Twórcy wynalazku: Roland Hentsch, Urszula Olszynka, Stanisław Makarski,
Joanna Baule, Edward Chromiak, Gabriela Lipińska

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachownia”,
Kędzierzyn (Polska)

Sposób oczyszczania polioksyalkilenowych polieterów

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania polieterów zanieczyszczonych pozostałościami katalizatorów stosowanych w procesie addycji tlenków alkilenowych do związków zawierających aktywny wodór.

Znane są sposoby oczyszczania polieterów za pomocą mocnych kwasów mineralnych względnie jonitów.

W opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3016404 podano sposób oczyszczania polieterów za pomocą 37% roztworu kwasu solnego, strącając jony soli do uzyskania pH roztworu 4,65 a powstałą sól usuwano przez filtrację.

Natomiast w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3341599 oczyszczano polieter stosując rozcieńczony (5–6%) kwas siarkowy, przy czym z rozcieńczonego polieteru usuwano wodę, przez dwukrotne oddestylowanie, do zawartości poniżej 0,1%.

Wadą tego sposobu jest stosowanie rozcieńczonych kwasów co wpływa niekorzystnie na jakość otrzymanego polieteru. W polieterze tak otrzymanym zawarta jest zbyt duża ilość wody. Zastosowanie mocnych kwasów mineralnych w operacji oczyszczania polieterów jest procesem zbyt długim i wymaga aparatury antykorozyjnej.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu oczyszczania polieterów, składającego się z operacji łatwiejszych do wykonania, nie powodującego korozji aparatury.

Istota wynalazku polega na działaniu na polieter y wodorosiarczanami metali alkalicznych w szczególności wodorosiarczanem potasu i/lub wodorosiarczanem sodu.

Sposobem według wynalazku do zanieczyszczonych alkalicznymi katalizatorami polieterów dodaje się w temperaturze od 20–130°C wodorosiarczany metali alkalicznych w postaci roztworów o stężeniu od 15–30% wagowych, względnie stałe wodorosiarczany i 2–5% wagowych wody w ilościach takich by uzyskać pH polieteru w zakresie 5 do 8 a najkorzystniej 6,5–7,5. Proces strącania soli jest dość szybki i wynosi od 0,5–1 godziny.

Utworzoną dobrze wykrystalizowaną sól łatwo usuwa się przez filtrację, natomiast wodę z polieteru usuwa się przez destylację.

Oczyszczony sposobem według wynalazku polieter charakteryzuje się bardzo niską zawartością zanieczyszczeń rzędu poniżej 5 ppm, jest bezbarwny lub lekko zabarwiony i nie posiada substancji utleniających powodujących żółknięcie pianek poliuretanowych.

Bliższe wyjaśnienie sposobu według wynalazku przedstawiają przykłady od I—VI.

Przykład I. 300 g glikolu polioksypropylenowego o ciężarze cząsteczkowym 500 zawierającego 0,32% wagowych wodorotlenku potasu miesza się w temperaturze 20°C z 28,5 g 30% roztworu wodorosiarczanu potasu. Po godzinie sól odfiltrowuje się a następnie pod próżnią 20 mm Hg w temperaturze 80°C odpędza się wodę. Otrzymuje się bezbarwny produkt o pH 6,8, liczbie kwasowej 0,05 i zawartości sodu i potasu poniżej 1 ppm.

Przykład II. Do 500 g polioksypropylenowanego pentaerytrytu o ciężarze cząsteczkowym 500 zawierającego 0,25% wagowych wodorotlenku potasu dodaje się w temperaturze 120°C 2,7 g wodorosiarczanu sodu a po rozpuszczeniu wodorosiarczanu dodaje się 10 g wody destylowanej. Miesza się przez około pół godziny po czym oddestylowuje wodę do zawartości 0,1% wagowych i filtruje. Otrzymany polieter jest bezbarwny i charakteryzuje się liczbą kwasową 0,1, pH 6,9 oraz zawartością sodu i potasu równą 4,2 ppm.

Przykład III. Do 300 g glikolu oksyetylenowo-oksypropylenowego o liczbie hydroksylowej 35 zawierającego 0,3% wagowych katalizatora w przeliczeniu na wodorotlenek potasu dodaje się w temperaturze 80°C 2,28 g wodorosiarczanu potasu a po jego rozpuszczeniu 15 g wody destylowanej. Po godzinie mieszania w tej temperaturze polieter odfiltrowuje się po czym odpędza wodę pod próżnią 15 mm Hg w temperaturze 90°C. Otrzymany bezbarwny polieter posiada pH 7,5 oraz liczbę kwasową 0,1 a zawartość sodu i potasu wynosi 2,0 ppm.

Przykład IV. Do 500 g polioksypropylenowanej gliceryny o ciężarze cząsteczkowym 3000 zawierającej 0,28% wagowych wodorotlenku potasu dodaje się w temperaturze 130°C 45 g zmieszanych 15%-owych roztworów wodorosiarczanu sodu i wodorosiarczanu potasu. Po godzinie mieszania oddestylowuje się wodę po czym filtruje. Otrzymany polieter posiada liczbę kwasową 0,1 a jego pH wynosi 7,3, zawartość sodu i potasu 2 ppm.

Przykład V. Do 300 g glikolu polioksypropylenowego o ciężarze cząsteczkowym 750 zawierającego 0,3% wagowych wodorotlenku potasu dodaje się w temperaturze w 80°C 12,75 g 20% wodorosiarczanu potasu. Następnie odwadnia się w temperaturze 90°C i filtruje. Otrzymany polieter posiada pH 8, zawartości sodu i potasu 4 ppm.

Przykład VI. Do 500 g glikolu polioksypropylenowego o ciężarze cząsteczkowym 500 zawierającego 0,20% wodorotlenku potasu dodaje się w temperaturze 80°C 21 g 15%-roztworu wodorosiarczanu potasu. Po godzinie mieszania odfiltrowuje się powstałą sól a następnie pod próżnią w temperaturze 120°C odpędza wodę. Otrzymany polieter posiada liczbę kwasową 0,2, pH 5, a zawartość sodu i potasu wynosi 3,3 ppm.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania polioksyalikilowych polieterów, z n a m i e n n y t y m, że do surowego polieteru zawierającego jony metali alkalicznych, dodaje się w temperaturze od 20–130°C roztwory wodorosiarczanych metali alkalicznych, o stężeniu od 15–30% wagowych względnie stałe wodorosiarczany i 2–5% wagowych wody, w takiej ilości, aby pH polieteru wyrósło od 5 do 8, a najkorzystniej 6,5–7,5, po czym powstałą sól odfiltrowuje się, natomiast wodę usuwa pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze 80–120°C.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako wodorosiarczany metali alkalicznych stosuje się wodorosiarczany potasu i/lub sodu.