

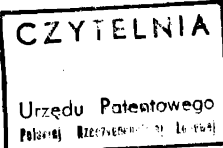
POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

110059



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 19.10.78 (P. 210412)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 13.08.79

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1981

Int. Cl.² C07C 43/04

Twórca wynalazku: Helmut Matyschok

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania jedno- i dwuizopropylowych eterów gliceryny

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania jedno- i dwuizopropylowych eterów gliceryny.

Z artykułu zamieszczonego w czasopiśmie J. Am. Chem. Soc. 61, s. 433, 1939 r., znany jest jedynie sposób wytwarzania 1,3-dwuizopropylowego eteru gliceryny. Sposób ten polega na tym, że do alkoholu izopropylowego dodaje się małymi porcjami, sól, mieszając jednocześnie oba substraty. Po ochłodzeniu mieszaniny do temperatury pokojowej dodaje się powoli dwuchlorohydrinę gliceryny, po czym miesza się całość przez około godzinę. Otrzymaną mieszaninę poreakcyjną filtruje się, oddestylowuje nadmiar alkoholu i wydziela eter przez destylację.

Niedogodnością znanego sposobu wytwarzania dwuizopropylowego eteru gliceryny jest długi czas reakcji, wieloetapowość procesu oraz tworzenie się znacznych ilości produktów odpadowych.

Istota wynalazku polega na tym, że mieszaninę gliceryny, propylenu, alkoholu izopropylowego i suchego kationitu ogrzewa się w autoklawie, w temperaturze 100–120°C przez okres 1–5 godzin, a następnie rozdziela się fazy mieszaniny poreakcyjnej, przy czym na 1 część wagową gliceryny stosuje się 0,65–1 części wagowej alkoholu izopropylowego, 0–1,5 części wagowych propylenu i 0,25–0,5 części wagowych kationitu. Korzystne jest stosowanie silnie kwaśnego kationitu w formie wodorowej, o strukturze makroporowatej lub żelowej i całkowitej zdolności wymiennej 4–4,5 mval/g. W wyniku powyższego otrzymuje się 1-jednoizopropylowy eter gliceryny i mieszaninę dwuizopropylowych eterów gliceryny.

Sposób według wynalazku umożliwia wytwarzanie 1-jednoizopropylowego eteru gliceryny z dużą wydajnością, a ponadto charakteryzuje się minimalną ilością produktów ubocznych.

Przedmiot wynalazku jest objaśniony w przykładach wytwarzania 1-izopropoksypromandiolu-2,3 i mieszaniny 1,3-dwuizopropoksypromandiolu-2 i 1,2-dwuizopropoksypromandiolu-3.

Przykład 1. W autoklawie o pojemności 0,5 l zaopatrzonym w płaszcz grzejny i umieszczonym na wstrząsarce, umieszcza się 92 g gliceryny, 60 g alkoholu izopropylowego i 46 g suchego, makroporowatego kationitu Wofatit Y-15 w formie wodorowej. Mieszaninę tę ogrzewa się, ciągle mieszając przez 5 godzin

w temperaturze 120°C. Następnie autoklaw pozostawia się do ostygnięcia, po czym usuwa się z niego wytworzony propylen, w ilości 2 g. Kationit oddziela się od cieklej mieszaniny poreakcyjnej przez odsączenie na filtrze próżniowym i przemywa trzykrotnie alkoholem izopropylowym, porcjami po 100 ml. Ciekłą mieszaninę poreakcyjną poddaje się destylacji, w wyniku której otrzymuje się 33 g 1-izopropoksypropanodiolu-2,3 oraz 7,8 g mieszaniny 1,3-dwuizopropoksypropanolu-2 i 1,2-dwuizopropoksypropanolu-3. Wytworzony 1-izopropoksypropanodiol-2,3 ma temperaturę wrzenia 108,5–109°C/10 mm Hg, gęstość $d_4^{20} = 1,0213$, współczynnik załamania światła $n_D^{20} = 1,440$, lepkość $\eta = 65,5$ cP i napięcie powierzchniowe 31,8 dyn/cm.

Przykład II. 92 g gliceryny, 92 g alkoholu izopropylowego, 126 g propylenu i 24 g suchego makroporowego kationitu Wofatit Y-15 w formie wodorowej, ogrzewa się ciągle mieszając, w temperaturze 100°C, przez 5 godzin. Gorący autoklaw pozostawia się do ostygnięcia, po czym usuwa nieprzereagowany propylen w ilości 85 g. Po odsączeniu i przemyciu kationitu ciekłą mieszaninę poreakcyjną poddaje się destylacji, w wyniku czego otrzymuje się 116,2 g 1-izopropoksypropanodiolu-2,3 i 14 g mieszaniny eterów dwuizopropylowych gliceryny.

Przykład III. 92 g gliceryny, 60 g alkoholu izopropylowego, 42 g propylenu i 24 g suchego kationitu Wofatit KPS o strukturze żelowej, w formie wodorowej, ogrzewa się ciągle mieszając w temperaturze 120°C przez 5 godzin. Po ostygnięciu autoklawu i usunięciu nieprzereagowanego propylenu w ilości 29 g odsącza się kationit i przemywa go trzykrotnie porcjami po 100 ml alkoholu izopropylowego. W wyniku destylacji cieklej mieszaniny poreakcyjnej otrzymuje się 78,4 g 1-izopropoksypropanodiolu-2,3 i 17,4 g mieszaniny eterów dwuizopropylowych gliceryny.

Przykład IV. 92 g gliceryny, 60 g alkoholu izopropylowego, 84 g propylenu i 48 g suchego makroporowego kationitu Wofatit Y-15 w formie wodorowej, ogrzewa się przy ciągłym mieszanu przez godzinę w temperaturze 120°C. Gorący autoklaw pozostawia się do ostygnięcia, po czym usuwa nieprzereagowany propylen, w ilości 50 g. Po odsączeniu i przemyciu kationitu ciekłą mieszaninę poreakcyjną poddaje się destylacji w wyniku czego otrzymuje się 55,3 g 1-izopropoksypropanodiolu-2,3 i 2,6 g 1,3-dwuizopropoksypropanolu-2.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania jedno- i dwuizopropylowych eterów gliceryny, przy użyciu alkoholu izopropylowego, znamienny tym, że mieszaninę 1 części wagowej gliceryny, 0,65–1 części wagowej alkoholu izopropylowego i ewentualnie propylen w ilości do 1,5 części wagowych oraz 0,25–0,5 części wagowych suchego kationitu ogrzewa się w autoklawie w temperaturze 100°C–120°C przez okres 1–5 godzin a następnie rozdziela się fazy mieszaniny poreakcyjnej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się silnie kwaśny kationit w formie wodorowej, o strukturze makroporowatej lub żelowej i całkowitej zdolności wymiennej 4–4,5 mval/g.