



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11) 263910

(13) B1

(21) PV 3515-87.F
(22) Přihlášeno 15 05 87

(40) Zveřejněno 16 09 88
(45) Vydáno 15 07 89

(51) Int. Cl. 4
C 07 C 69/96

(75)
Autor vynálezu

TOMAN JAROMÍR ing. CSc., FILÁČEK LADISLAV ing., ŽMOLIL
PŘEMYSL ing., KOTLÁN JOSEF ing., PARDUBICE

(54)

Způsob výroby bis-allyldiethylenglykolcarbonátu

(57) Způsob výroby bis-allyldiethylenglykolcarbonátu reakcí allylalkoholu s bis-chlormravenčanem diethylenglykolu v přítomnosti koncentrovaných vodných roztoků alkalických hydroxidů, při kterém se odseparovaná vodná fáze odebírá na regeneraci allylalkoholu a extrahovaný produkt se stripuje vodní parou. Podstata spočívá v tom, že reakční směs se po skončení reakci ředí vodnou fází z dále uvedené extrakce, popřípadě s přidavkem roztoků komplexujících činidel pro vázání iontů těžkých kovů jako chelatonů, kyseliny oxalové, vinné nebo citrónové a surová organická fáze se protiproudě extrahuje vodou pomocí kontinuálně pracujícího pulsačního systému, přičemž množství vody pro extrakci vůči extrahované látce je v poměru 0,05 : 1 až 1 : 0,05, s výhodou 0,5 : 1 až 1 : 0,5.

Vynález se týká způsobu výroby bis-allyldiethylenglykolkarbonátu reakcí allylalkoholu s bischlormravenčanem diethylenglykolu v přítomnosti vodných, koncentrovaných alkalických hydroxidů, při kterém se surový produkt po skončené reakci extrahuje vodou či vodnou fází ze stripování s využitím kontinuální extrakční pulsační kolony, s výhodou s teflonovými patry.

Tato látka slouží jako monomer pro výrobu lehčených náhrad skla, nejvíce brýlí.

Je publikováno větší množství prací, popisujících přípravu uvedeného monomeru sloužícího hlavně pro přípravu lehčených brýlových skel, zabývající se reakcí a případně opakovanou diskontinuální extrakcí vodou. V DOS 2 926 354 jsou uváděny technologicky schůdné podrobnosti zpracování reakční směsi podle nichž se reakční směs ředí vodou pro rozpuštění anorganických podílů, načež se obě fáze, surový produkt a roztok solí, separují na kontinuálně pracující separační odstředivce. Vodná fáze je vedena na regeneraci přebytečného allylalkoholu, organická přímo k odstranění těkavých nečistot stripováním ve vakuu, nejlépe vodní parou.

Uvedený postup má následující nevýhody: neumožňuje dokonalé vyprání přítomných chloridových iontů a ve vodě často jen omezeně rozpustných vedlejších produktů reakce, což může negativně ovlivňovat kvalitu a zároveň nedostatečně využívá vstupujících energií. Reakční směs je nutno ředit destilovanou vodou a není možno přímo užít zkondenzovanou vodní páru ze stripování, neboť v tomto případě obsahuje značné množství allylalkoholu, který by vadil. Při diskontinuální extrakci sice může dojít k dobrému odstranění jak chloridových iontů, tak i allylalkoholu, avšak za cenu spotřeby neúnosně velkého množství destilované vody. Zároveň dochází v míchaném kotli k neúměrnému rozptýlu části organické fáze, což vede k velmi obtížné separaci a tudíž nutnosti využití separační odstředivky.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby bis-allyldiethylenglykolkarbonátu reakcí allylalkoholu s bischlormravenčanem diethylenglykolu v přítomnosti koncentrovaných vodných roztoků alkalických hydroxidů, při kterém se odseparovaná vodná fáze odebrává na regeneraci allylalkoholu a extrahovaný produkt se stripuje vodní parou, který je předmětem vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že reakční směs se po skončené reakci ředí vodnou fází z dále uvedené extrakce, popřípadě s přidavkem roztoků komplexujících činidel pro vázání iontů těžkých kovů jako chelatonů, kyseliny oxalové, vinné nebo citrónové a surová organická fáze se protiproudě extrahuje vodou pomocí kontinuálně pracujícího pulsačního systému, přičemž množství vody pro extrakci vůči extrahované látce je v poměru 0,05 : 1 až 1 : 0,05, s výhodou 0,5 : 1 až 1 : 0,5. Způsob podle vynálezu může být prováděn též

tak, že vodná fáze postupuje protiproudě ze stripování do extrakce a odtud na ředění reakční směsi nebo s případným postupným zvyšováním množství vodné fáze v jednotlivých fázích doplňováním destilovanou vodou.

Podstata spočívá v tom, že po reakci se reakční směs ředí vodnou fází z extrakce, ke které může být přidáno malé množství přísady, komplexující přítomné ionty těžkých kovů, hlavně železa, např. citrónové, oxalové, vinné kyseliny, nebo chelatonů. Jako vody pro extrakci se pak užívá vodná fáze ze stripování těkavých složek vodní parou. Dokonalou extrakcí na protiproudě koloně se dosahuje obsahu allylalkoholu ve vodách ze stripování až 0,1 %, takže mohou být použity přímo k extrakci. Protože množství vody pro ředění reakční směsi i extrakci přibližně odpovídá množství vody, získané ze stripování a v celém procesu je výhodné užít destilované vody, je zde zajištěna energetická vyváženost celého procesu z hlediska její spotřeby.

Zároveň se tím snižuje množství vody pro regeneraci allylalkoholu (což je pouze vodná fáze po ředění reakční směsi), a zvyšuje se jeho vstupní koncentrace pro regeneraci, téměř na dvojnásobek — na 9 % — což při rektifikaci znamená podstatnou energetickou úsporu.

Nezanedbatelnou výhodou tohoto uspořádání je i zachycení podílů emulgovaných ve vodě, při stripování a při extrakci, které se vracejí do reakční směsi při její extrakci a ředění. Aplikace extrakční, pulsační kolony zároveň zajišťuje velmi dobré parametry extrakce, neboť při poměrně dlouhé době styku je zajištěna úplná difuze odstraňovaných složek při posouvání extrakční rovnováhy protiproudem kapalin a to i v tak viskózní kapalině, jako je látka podle vynálezu připravená. Výhodné je u této kolony užití teflonových pater, které přináší zlepšení extrakce vodnou fází, konkrétně účinnost i prosazení a zlepšuje se rozptýl vodné fáze. Přitom však nedochází k nadměrnému rozptýlu fází vedoucí k jejich špatné separaci. Kolona má vysokou účinnost, což umožňuje snížit spotřebu extrakční kapaliny a prakticky vyrovnat její spotřebu mezi jednotlivými výrobními fázemi.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení, jímž ovšem není předmět vynálezu vyčerpán ani omezen.

Příklad

Do míchaného reaktoru objemu 250 l se předloží 3,8 kg organické fáze ze stripování, 65 kg allylalkoholu a 97,7 kg bischlormravenčanu diethylenglykolu. Směs se ochladí na 5 °C a za míchání se dávákuje 45 % roztok hydroxidu sodného. Spotřeba hydroxidu sodného je 89,5 kg. Po dokončení reak-

ce se reakční směs ředí roztokem 1,1 kg citrónové kyseliny ve 111 l vod z extrakce. Po separaci fází je surový produkt veden do pulsační kolony, vodná fáze obsahující 86 % allylalkoholu je čerpána na regeneraci allylalkoholu. Vstup surového produktu do pulsační kolony je shora; 80 l extrakční vody, což je z větší části vodná fáze ze stripování, zdola. Extrahovaný produkt, který odtéká z dolní separační nádoby ke stripování, obsahuje cca 0,1 % allylalkoholu. Extrakční voda z horní separační nádoby od-

téká k ředění reakční směsi, obsahuje 1,1 proc. allylalkoholu. Extrahovaný produkt je pak stripován v koloně vodní parou při teplotě 75 °C a tlaku 60 kPa při hmotnostním poměru páry a bisallyldiethylenglykolkarbonátu 0,6 : 1.

Takto se získá monomer ve výtěžku 82 % teorie. Vodná fáze destilátu se užije k extrakci v pulsační koloně, obsahuje přibližně 0,1 % allylalkoholu, organická fáze je součástí násady pro kondenzaci.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby bis-allyldiethylenglykol-karbonátu reakcí allylalkoholu s bis-chlormravenčanem diethylenglykolu v přítomnosti koncentrovaných vodných roztoků alkalických hydroxidů, při kterém se odseparovaná vodná fáze odebírá na regeneraci allylalkoholu a extrahovaný produkt se stripuje vodní parou vyznačený tím, že reakční směs se po skončené reakci ředí vodnou fází z dále uvedené extrakce, popřípadě s přídavkem roztoků komplexujících činidel pro vázání iontů těžkých kovů jako chelátů, kyseliny oxalové, vinné nebo citrónové

a surová organická fáze se protiproudně extrahuje vodou pomocí kontinuálně pracujícího pulsačního systému, přičemž množství vody pro extrakci vůči extrahované látce je v poměru 0,05 : 1 až 1 : 0,05, s výhodou 0,5 ku 1 až 1 : 0,5.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že vodná fáze postupuje protiproudně ze stripování do extrakce a odtud do ředění reakční směsi za případného postupného zvyšování množství vodné fáze v jednotlivých fázích doplňováním destilovanou vodou.