



227698

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

=====

a favor de

SOCIEDAD ANONIMA CROS - de nacionalidad española - domi-
ciliada en Pl. de Gracia, nº. 56 - BARCELONA,

por:

" Procedimiento para la obtención de etilenglicol ".

=====:oOo:=====

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

La obtención de etilenglicol suele efectuarse usual-
mente por reacción del óxido de etileno con agua a tempera-
turas de 180 a 200°C y a presión elevada. También se ha
propuesto partir del 1,2-dicloroetano, hidrolizándolo con car-
bonato sódico, pero este procedimiento presenta el inconve-

2276918



niente de que, como el dicloretano es muy poco soluble en agua, se obtienen soluciones muy diluídas de etilenglicol, que contienen cantidades muy considerables de cloruro sódico.

5 La presente patente tiene por objeto un procedimiento para la obtención de etilenglicol, con el que se evitan los citados inconvenientes de tener que trabajar a temperaturas elevadas, y de la formación de grandes cantidades de cloruro sódico, que presentan los procedimientos conocidos.

10 Según este procedimiento, se parte de la etilenclorhidrina, la cual se hidroliza en solución acuosa, utilizando como agente de hidrólisis el carbonato sódico, solo o mezclado con hidróxido sódico y/o bicarbonato sódico, a temperaturas comprendidas entre 80 y 150°C, y con preferencia entre
15 100 y 120°.

Esta hidrólisis tiene lugar según la reacción:

$2\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{Cl} + \text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow 2\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH} + 2\text{NaCl} + \text{CO}_2$ durante la cual se desprende anhídrido carbónico que hace aumentar la presión, según el volumen disponible en el recipiente de reacción.
20

Una parte de este anhídrido carbónico desprendido puede purgarse durante la reacción, manteniéndose así una presión reducida, por ejemplo de 2 a 10 atmósferas, lo cual constituye una ventaja importante; sin embargo, si la reacción se efectúa en autoclaves de alta presión, no es imprescindible purgar el anhídrido carbónico durante la reacción.
25

En la preparación de la solución acuosa de la etilenclorhidrina, se elige convenientemente su concentración de manera que el cloruro sódico que se forma en la reacción quede en disolución, siendo para ello conveniente que dicha
30 concentración no pase de 30%. Sin embargo, aunque se pro-



duzca una cristalización parcial del cloruro sódico durante la reacción no se perjudica la buena marcha de la misma.

5 Para asegurar un mejor rendimiento de la reacción, es conveniente emplear un ligero exceso de medio alcalino el cual normalmente, es preferible que quede también disuelto completamente, si bien la reacción transcurre cuantitativamente aunque una parte de este medio alcalino, por ejemplo del carbonato sódico, quede sin disolver. Una vez terminada la reacción de hidrolisis se ha de neutralizar dicho
10 exceso de alcali por medio de un ácido, empleándose con preferencia el ácido clorhídrico.

Por otra parte, no hay ningún inconveniente en que exista un exceso de etilenclorhidrina, aunque ello no reporta tampoco ninguna ventaja.

15 El producto resultante de la hidrolisis se elabora a continuación, después de neutralizado el exceso de alcali, concentrando la solución acuosa a presión normal o a presión reducida para que cristalice el cloruro sódico formado en la reacción, el cual se elimina por filtración, y por último
20 se destila a presión normal o reducida para obtener el etilenglicol puro.

Mediante este procedimiento se evita la formación de poliglicoles en cantidades notables, como también es despreciable la formación de óxido de etileno.

25 Otra ventaja del procedimiento consiste en que el anhídrido carbónico desprendido durante la reacción puede aprovecharse para varios fines químicos, preferiblemente para la transformación de hidróxido sódico en carbonato, que puede utilizarse como agente de hidrolisis en una nueva reacción.
30

A continuación se describe con más detalle, por medio

227698

13



de varios ejemplos prácticos, la marcha del procedimiento.

5 EJEMPLO I.- Un autoclave con agitador se carga a mitad de su volumen disponible con una solución al 25% de etilenclorhidrina en agua, en la cual se ha disuelto anteriormente la cantidad equimolecular de carbonato sódico. Se calienta durante 4 horas a 100°, purgando el anhídrido carbónico desprendido, de tal manera que se mantenga una presión de 10 atmósferas. Una vez la reacción terminada, se purga la totalidad del anhídrido carbónico y se concentra la solución a presión normal o a presión reducida para hacer cristalizar la mayor parte del cloruro sódico formado. Se filtra, y se destila primero el resto del agua y después el etilenglicol. El rendimiento es alrededor de un 90% y aún mayor.

15 EJEMPLO II.- Se carga un autoclave de 20 litros de capacidad con 15 litros de una solución acuosa de 2 kg. de etilenclorhidrina y 1,34 kg. de carbonato sódico anhidro, y se calienta durante 3 horas a 120°. Al cabo de poco tiempo la presión sube a 40 atmósferas. Se purga el anhídrido carbónico y se neutraliza con ácido clorhídrico. La solución se concentra a presión reducida, se filtra el cloruro sódico, y se obtiene por destilación 1,4 kg. de etilenglicol puro.

20 EJEMPLO III.- Se carga el autoclave de 20 litros con la misma cantidad de solución de clorhidrina y de carbonato sódico del ejemplo anterior, y se calienta a 100° durante 6 horas. El carbónico desprendido se purga de manera que se mantenga una presión de 6 atmósferas, y se introduce dicho carbónico en una solución de 2 kg. de etilenclorhidrina y de 1,01 kg. de hidróxido sódico en 15 litros de agua. Se trata el contenido del autoclave de la manera indicada en el ejemplo anterior. La solución de clorhidrina y de una mezcla de hidróxido con carbonato sódico servirá para una reacción posterior,

30

2276983 MAR 1933



en la cual se formará también el etilenglicol con un rendimiento casi teórico.

227698

-----: N O T A :-----

5

Se reivindica como objeto de esta patente:

10 1.- Procedimiento para la obtención de etilenglicol, caracterizado por hidrolizar una solución acuosa de etilenclorhidrina, utilizando como agente de hidrolisis carbonato sódico solo, o en mezcla con hidróxido y/o bicarbonato sódicos, a temperaturas no inferiores a 80°C y no superiores a 150°C.

15 2.- Procedimiento para la obtención de etilenglicol según la reivindicación anterior, caracterizado por efectuar la hidrolisis de la etilenclorhidrina a temperaturas comprendidas entre 100 y 120°C.

20 3.- Procedimiento para la obtención de etilenglicol según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por someter a hidrolisis una solución acuosa de etilenclorhidrina de concentración no superior a 30% a fin de evitar la cristalización del cloruro sódico formado durante la reacción.

25 4.- Procedimiento para la obtención de etilenglicol según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque durante la reacción de hidrolisis se purga una parte del anhídrido carbónico que se desprende, de manera que se mantenga una presión reducida.

30 5.- Procedimiento para la obtención de etilenglicol según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por emplear en la solución un ligero exceso de medio alcalino, el cual se neutraliza, una vez terminada la reacción de hi-

227698

13



drolisis, por medio de un ácido, preferiblemente ácido clorhídrico.

5 6.- Procedimiento para la obtención de etilenglicol según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el producto resultante de la reacción de hidrolisis se elabora en varias etapas, concentrando la solución acuosa del mismo para que cristalice el cloruro sódico formado, filtrando para eliminar el cloruro sódico cristalizado, y destilando para obtener el etilenglicol puro.

10 7.- Procedimiento para la obtención de etilenglicol según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por recuperar el anhídrido carbónico purgado durante la reacción.

15 8.- Procedimiento para la obtención de etilenglicol.

Esta memoria consta de seis páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 13 MAR. 1956

P.A.

JOSÉ M. BOLLIBAR
P.P.