

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Akt. Z. 7. 75792 IV d/124

Einger.
1354/Dr. W./Ke. 3.9.43

Krefeld-Uerdingen, den 31.8.1943

BAG Target

3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Carbonaten vicinaler Glykole.

Bei der Einwirkung von gasförmigem Phosgen auf vicinale Glykole erhält man die entsprechenden Carbonate in nur unbefriedigender Ausbeute. So fällt beispielsweise bei der Umsetzung von Phosgen mit Äthylenglykol bei Zimmertemperatur das Carbonat des Äthylenglykols in einer Ausbeute von nur etwa 65% an.

Es wurde nun gefunden, dass die Ausbeute an Carbonat bei der Einwirkung von Phosgen auf ein vicinales Glykol bedeutend gesteigert werden kann, wenn man die Umsetzung unter Verdünnung mit einem inerten Lösungsmittel durchführt. Der zur Erzielung einer möglichst hohen Ausbeute erforderliche Verdünnungsgrad hängt von der besonderen Art des jeweils in das Carbonat überzuführenden Glykols ab und ist durch einfachen Versuch leicht zu ermitteln.

Nach dem vorliegenden Verfahren gelingt es z.B. ohne weiteres, bei der Umsetzung von Äthylenglykol mit Phosgen unter Verdünnung mit Tetrachlorkohlenstoff das Carbonat des Äthylenglykols in einer Ausbeute von 92% zu erhalten.

Es können z.B. Äthylenglykol, Propandiol-1,2, Butandiol-1,2, Pinakon Buten 101-3,4, α -Monochlorhydrin und Cyclohexandiol-1,2 in technisch einfacher Weise mit vorzüglicher Ausbeute nach dem vorliegenden Verfahren in die entsprechenden Carbonate übergeführt werden.

Zur Verdünnung des Reaktionsgemisches eignen sich z.B. Aceton, Essigester, Benzol, Toluol und namentlich gute Lösungsmittel für Phosgen, wie z.B. Methylenchlorid, Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff.

Beispiel 1. In eine Lösung von 620 Gewichtsteilen Äthylenglykol in 2000 Gewichtsteilen Tetrachlorkohlenstoff werden bei 30° 1200 Gewichtsteile Phosgen eingeleitet. Nach dem Abdestillieren des Tetrachlorkohlenstoffs erhält man durch Ausfrieren aus dem dabei verbleibenden Rückstand 810 Gewichtsteile Äthylenglykolcarbonat (F.P. 38,5°) = 92% d.Th.; ausserdem werden als Nebenprodukt 137 Gewichtsteile Bischlorameisensäureester (Kp 78°/2 mm) erhalten.

b. w.

Beispiel 2. 1400 Gewichtsteile Phosgen werden bei 30° in eine Lösung von 750 Gewichtsteilen Propandiol-1,2 in 2000 Gewichtsteilen Chloroform eingeleitet. Nach dem Abdestillieren des Chloroforms erhält man durch Destillation des Rückstandes 975 Gewichtsteile 95,5% d.Th. Propandiol-1,2-carbonat (Kp $92^{\circ}/0,4$ mm). Ausserdem fallen als Nebenprodukt 60 Gewichtsteile Propandiol-1,2-bischlorameisensäureester an.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Carbonaten vicinaler Glykole durch Umsetzung von Phosgen mit derartigen Glykolen, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung unter Verdünnung mit einem inerten Lösungsmittel vorgenommen wird.