

Preparation of Polyethylene Glycol with Low Ash Content

محمد رضا طلاقت، جلیل اوجی

شیراز، سازمان پژوهشهای علمی و صنعتی ایران، پژوهشکده فارس، صندوق پستی ۷۱۵۵۵-۱۱۴

دریافت: ۱۳۹۱/۹/۲۸، پذیرش: ۱۳۹۱/۱/۲۴

چکیده

نمکهای معدنی حاصل از خنثی سازی کاتالیزور مصرفی با اسید در تهیه پلی اتیلن گلیکول به وسیله صاف کردن جدا می شود. با وجود اینکه مقدار زیادی از نمکها خارج می شود، ولی مقدار کمی از آنها به صورت ذرات خیلی ریز در پلیمر تشکیل شده پراکنده می گردد که به آن خاکستر می گویند و مقدار آن حداکثر می تواند به ۳/۰ درصد وزنی برسد. اگرچه این خاکستر در بسیاری از کاربردها اشکالی ایجاد نمی کند و اثر چندانی ندارد، ولی چنانچه ترکیب ساخته شده مثلا به عنوان یک ماده روان کننده مورد استفاده قرار گیرد این نمکهای معدنی باقیمانده در ترکیب، رسوب می کند و مشکلاتی را بوجود می آورد. در این پژوهش، پلی اتیلن گلیکول از اتیلن اکسید در مجاورت کاتالیزور فلزیایی تهیه می شود. برای تهیه این ترکیب با مقدار خاکستر کم، پس از جداسازی رسوب حاصل از عمل خنثی سازی، به مخلوط واکنش یک مجموعه الکل خطی و گلیکول سبک اضافه می گردد و با جداسازی رسوب، مقدار خاکستر آن معین و در نهایت حلال مناسب نیز انتخاب می شود. براساس نتایج بدست آمده استفاده از ۱۰ درصد وزنی متانول سبب می شود که مقدار خاکستر به ۰/۰۱ درصد وزنی کاهش یابد.

واژه های کلیدی: تهیه، پلی اتیلن گلیکول، مقدار خاکستر، گلیکول، اتیلن اکسید

Key Words: preparation, polyethylene glycol, ash content, glycol, ethylene oxide

باشد.

مقدمه

حالت فیزیکی پلی اتیلن گلیکولهایی که میانگین وزن مولکولی آنها بین ۲۰۰ تا ۷۰۰ است مایع و گروهی که میانگین وزن مولکولی آنها بالای ۱۰۰۰ قرار دارد، جامدهای چرب و مومی شکل اند. همه این مواد در آب محلول اند و محلولهای شفاف بوجود می آورند. این ترکیبات در بسیاری از حلالهای آلی مانند الکلها، خطی، کتونها، استرها و هیدروکربنهای آروماتیک محلول بوده و در هیدروکربنهای خطی نامحلول اند. پلی اتیلن گلیکولهای مایع در مقایسه با گلیسرین و سایر گلیکولهای ساده قدرت جذب رطوبت کمتری دارند. این ترکیبات مصارف گوناگونی در صنایع دارویی، لاستیک سازی و کاغذسازی دارند [۱-۳].

پلی اتیلن گلیکول (PEG)، پلی اکسی اتیلن، پلی گلیکول یا پلی اتیلن گلیکول ترکیبی شیمیایی با فرمول عمومی $\text{HO}[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}]_n\text{H}$ و پلیمری خطی حاصل از اتیلن اکسید و آب است که n میانگین تعداد گروههای اکسی اتیلن است. این ماده با نام تجاری کربوواکس در بازار شناخته می شود. این ترکیب از پلی اتیلن گلیکولهایی تشکیل می شود که میانگین وزن مولکولی آنها از ۲۰۰ تا ۲۰,۰۰۰ متغیر است. خواص پلی اتیلن گلیکول با وزن مولکولی ارتباط دارد. به همین دلیل، حالت محصول پلیمر شدن می تواند از مایعی گرانش تا جامدی موم مانند متغیر

کم کردن خاکستر به مقدار نسبتاً زیاد [۱۰] -
- خشی‌سازی با اکسالیک اسید یا ستریک اسید، واکنش دادن
محلول زیر صافی با منیزیم سبلیکات و صاف کردن آن [۱۱] -
- خشی‌سازی با آدیپیک اسید یا ستریک اسید و عبور محلول زیر
صافی از روی نوعی خاک اسیدی [۱۲] -
- خشی‌سازی با اسید غلیظ، عبور هوا طی این عملیات و گذراندن
محلول زیر صافی از روی بستری از نئادلگرهای کاتیونی و آنیونی [۱۳] و
- خشی‌سازی با قلع (II) کلرید و کلریدریک اسید و گذراندن
محلول زیر صافی از روی نئادلگرهای یونی [۱۴].

تجربی

برای تهیه پلی‌اتیلن گلیکول با وزن مولکولی ۴۰۰ از مواد و
دستگاههای زیر استفاده شد.

مواد

اتیلن گلیکول، دی‌اتیلن گلیکول و اتیلن اکسید از مجتمع پتروشیمی
اراک و رزینهای نئادلگر یونی با نام تجاری آمربلیت نوع کاتیونی
(IR-۱۲۰) و نوع آنیونی (IR-۴۲۰) از شرکتهای داخلی تهیه شدند.
ایزوپروپانول و پروپانول نرمال صنعتی از مجتمع پتروشیمی اراک،
متانول صنعتی ۹۹ درصد از مجتمع پتروشیمی شیراز، سود جامد پرک
۹۸ درصد از شرکت صنایع شیمیایی کلر ایران (یزد) و فسفریک اسید
۸۵ درصد از مجتمع پتروشیمی رازی خریداری شدند.

دستگاهها

از راکتور دو جداره از جنس فولاد ۳۱۶ مجهز به سپسب همزن
مکانیکی با دور متغیر، شیر اطمینان، فشارشکن، ترموکوپل، دماسنج و
فشارسنج استفاده شده است. در این راکتور دو ورودی یکی از بالای
راکتور برای ورود کاتالیزور و مواد آغازگر (ورود مایعات) یا خارج
کردن محصول در صورت لزوم و دیگری از پایین راکتور برای ورود
گاز اتیلن اکسید و یک خروجی از پایین راکتور که برای نمونه‌گیری یا
خروج محصول پلیمری مایع یا محصول با گرانروی نسبتاً کم، که حالت
روانی داشته باشد، استفاده می‌شود. دیگر دستگاههای بکار گرفته شده
آون، کوره الکتریکی، pHسنج رقیق، گرانروی‌سنج نوع استوانه‌ای و
دستگاه اندازه‌گیری ضریب شکست است.

روشها

پس از انجام مطالعات کتابخانه‌ای، جمع‌آوری مطالب، تعیین روش کار و

در سال ۱۸۶۳ ورتز برای اولین بار گزارش کرد که توانسته
است از اتیلن گلیکول و آب برای تهیه پلی‌اتیلن گلیکول استفاده کند. او
بعدها مشاهده کرد که چنانچه زمان بیشتری به اتیلن اکسید داده شود و از
کاتالیزور قلیایی برای انجام واکنش استفاده گردد می‌توان پلیمری جدید
تهیه کرد [۴].

ماده اولیه، طی واکنشهای تهیه، در مجاورت کاتالیزور پلیمر
شده و پس از مدت زمان معینی محصولی خام شامل پلی‌اتیلن گلیکول و
ناخالصیهای واکنش، بدست می‌آید. رنگ این محصول به دلیل وجود
بعضی از ناخالصیها و مقدار خاکستر زیاد از زرد روشن تا زرد تیره متغیر
است که از صفات عمومی این نوع پلیمرها بشمار می‌رود. این رنگ با
عبور محصول از روی بستر کربن فعال، خشی‌سازی با اسید و خارج
کردن نمکهای موجود از بین می‌رود.

اضافه کردن ماده اولیه به راکتور بستگی به نوع ماده اولیه و
راکتور دارد. پس از اتمام واکنش، اکسیدهای اتیلن باقیمانده به وسیله
گرم کردن یا تزریق گاز نیتروژن جدا می‌شوند. سپس، برای خارج کردن
ناخالصیها، که مربوط به کاتالیزور قلیایی مورد استفاده است، محصول را
با اسید واکنش می‌دهند. طی این عمل، محصول خام خشی شده و پس از
صاف کردن مخلوط عمل رنگبری روی آن انجام می‌شود [۴، ۳].
اگرچه ممکن است بعضی از این ناخالصیها در ترکیب باقی بمانند، ولی
نباید مقدار آن از ۳/۰ درصد وزنی تجاوز کند. بویژه اگر محصول
برای ساختن پلی‌یورتانها بکار رود. این مقدار، که به آن خاکستر گفته
می‌شود، با روشهای مشخصی اندازه‌گیری می‌گردد. طی عملیات
خشی‌سازی با اسید بیشتر ناخالصیها از بین می‌رود و مقدار خاکستر
ترکیب به مراتب کمتر از مقدار آن قبل از این عملیات است. پلی‌اتیلن
گلیکولهای با خاکستر کم تمایل کمتری به تشکیل لجن دارند. در بسیاری
از کاربردها این مقدار خاکستر ناچیز بوده ولی در بعضی موارد این مقدار
مهم است. مثلاً، اگر از این ترکیب به عنوان روان کننده استفاده شود، این
ناخالصیهای کم که نمکهای معدنی اند رسوب می‌کنند و خود سبب بروز
مشکلاتی می‌شوند [۷، ۵].

برای زدودن ناخالصیهای باقیمانده و کاهش مقدار خاکستر
روشهای صنعتی توسط بعضی از پژوهشگران ارائه شده است که به
تعدادی از آنها اشاره می‌شود:

- استفاده از سولفوریک اسید برای خشی‌سازی، بکار برون آب
نمک سیر شده برای سهولت کار و در نهایت واکنش دادن محلول زیر
صافی با پتاسیم سولفات و آمونیوم سولفات [۸].
- خشی‌سازی با سولفوریک اسید و دیوکسید کربن، صاف کردن
محصول و گذراندن آن از روی بستر کربن فعال [۹].
- خشی‌سازی با فسفریک اسید، واکنش دادن محلول زیر صافی با
الکل یا گلیکول خطی سبک، نگاه داشتن آن برای مدت زمان معین و

آزمایش	نمونه تهیه شده	نمونه خارجی
pH محصول	۶/۵	۶
مقدار خاکستر (درصد)	۰/۰۱	۰/۰۱۰
گرانروی (cP)	۱۲۸	۱۳۰
درجه اسیدی	۲/۵	۲/۵
چگالی نسبی	۱/۱۳	۱/۱۳
ضریب شکست	۱/۴	۱/۴۵

تعیین مقدار خاکستر
برای تعیین مقدار خاکستر پلی اتیلن گلیکول، ابتدا به یکت بوتله پلاستیکی تا مرحله سرخ شدن برای مدت ۱۰ دقیقه گرما داده شد و پس از سرد شدن توزین شد. سپس، ۱g پلی اتیلن گلیکول به بوتله منتقل و رطوبت آن با افزودن چند قطره سولفوریک اسید گرفته شد. سپس، نمونه مشتعل شده و دوباره رطوبت آن با افزودن چند قطره سولفوریک اسید گرفته شد. در مرحله بعد، نمونه در دمای 800°C برای مدت ۱۵ دقیقه در کوره قرار داده شد تا به آرامی بسوزد. پس از سپری شدن این مدت و سرد کردن، نمونه توزین و مقدار خاکستر آن برابر $2/5\text{ mg}$ معین گردید. برای دقت بیشتر، این عمل دوباره تکرار شد و مقدار خاکستر آن برابر $2/35\text{ mg}$ بدست آمد. نظر به اینکه اختلاف بین این دو آزمایش $0/15\text{ mg}$ شد که از حداکثر آن طبق این روش، یعنی $0/5\text{ mg}$ کمتر است، بنابراین نتیجه قابل قبول است. نتایج در جدول ۲ آورده شده است.

تعیین وزن مولکولی متوسط به روش کیفی
گرانروی و دمای انجماد (دمای ذوب) پلیمرها به وزن مولکولی آنها بستگی دارد، بنابراین گرانروی پلی اتیلن گلیکول ساخته شده با استفاده از گرانروی سنج استوانه اندازه گیری شد که مقدار آن 128 cP بدست آمد. برای دقت و اطمینان بیشتر دمای انجماد پلیمر تهیه شده نیز معین گردید (7°C). مقادیر بدست آمده با جدولهای موجود در این زمینه مقایسه و وزن مولکولی متوسط پلی اتیلن گلیکول تهیه شده برابر 400 بدست آمد.

نتایج و بحث

پلی اتیلن گلیکول از اضافه کردن اتیلن اکسید و اتیلن گلیکول یادی اتیلن گلیکول که دارای مقداری سود است و نقش کاتالیزور را دارد، بدست می آید. وقتی از اتیلن اکسید به عنوان ماده اولیه استفاده می شود

جدول ۲ - تعیین مقدار خاکستر.

آزمایش	وزن نمونه (g)	وزن اولیه بوتله پلاستیکی (g)	وزن بوتله پس از سوزاندن نمونه (g)	وزن خاکستر (mg)
۱	۱	۲۲/۹۸	۲۲/۹۸۲۵	۲/۵
۲	۱	۲۲/۹۸	۲۲/۹۸۲۳	۲/۳۵

بررسیهای لازم، راکتور مورد نیاز طراحی شد. پس از ساخت، نصب و آماده کردن وسایل و امکانات مورد نیاز و برطرف کردن معایب سیستم، پلی اتیلن گلیکول بدین ترتیب تهیه شد: ابتدا 150 g سدیم هیدروکسید که قلا در 300 g آب حل شده به درون راکتور منتقل و به آن 550 g دی اتیلن گلیکول اضافه گردید. سپس، 1750 g اتیلن اکسید در مدت ۳ ساعت طوری به راکتور اضافه شد که فشار راکتور حدود 25 lb/in^2 و دمای آن 150°C تا 160°C ثابت نگاه داشته شود. محصول بدست آمده زرد کم رنگ بود.

پس از پایان واکنش مقدار 225 mg ارتوفسفریک اسید 85 درصد به راکتور اضافه و مخلوط خوب بهم زده شد تا کاملاً خشی شود. این عمل تقریباً یک ساعت در دمای 120°C تا 140°C بطول انجامید. در ادامه، محتویات داخل راکتور تخلیه و مخلوط با دستگاه سانتریفیوژ صاف شد تا نمکهای فسفات حاصل از محصول جدا شود. سپس برای رنگبری، محلول زیر صافی از روی بستر کربن فعال گذرانده شد و برای خلوص بیشتر محصول از رزینهای تبادلگر کاتیونی و آنیونی عبور داده شد. سرانجام، محصول تا مقدار جامد (بریکس) مورد نظر به وسیله تبخیر کننده خلاء دوار در فشار 15 mmHg تغلیظ و برای عملیات بعدی نگهداری شد [۱۵-۱۸].

برای تهیه پلی اتیلن گلیکول با مقدار خاکستر کم، ابتدا نمکهای فسفات تشکیل شده از محصول جداسازی و سپس محلول زیر صافی به چند قسمت مساوی تقسیم شد و به آنها حلال مورد نظر (الکل یا گلیکول خطی سبک) به میزان 50 درصد وزنی اضافه گردید. مخلوط واکنش طی 12 ساعت در دمای 70°C کاملاً همزده شد تا مخلوط یکپواختی بوجود آید. سپس، عمل همزدن متوقف و مخلوط برای مدت ۱ ساعت به همان حال قرار گرفت. پس از عمل صاف کردن و جداسازی رسوب، حلال به وسیله تقطیر در خلاء جدا گردید. بدین ترتیب، 1650 g پلی اتیلن گلیکول (بازده واکنش $92/8$ درصد) بدست آمد.

برای شناسایی، آزمایشهای تعیین دمای انجماد، مقدار خاکستر، گرانروی، pH، وزن حجمی و ضریب شکست روی محصول بدست آمده انجام گرفت [۱۹-۲۴] که نتایج در مقایسه با نمونه خارجی در

جدول ۳- اثر حلالهای مختلف بر مقدار خاکستر باقیمانده در محصول.

حلال	نسبت وزنی پلی اتیلن گلیکول: حلال	زمان ماند در حلال (روز)	درصد وزنی خاکستر در محصول
متانول	۹:۱	۲	۰/۰۱
متانول	۱:۱	۲	۰/۱۰
متانول	۹:۱	۱	۰/۰۲
ایزوپروپانول	۹:۱	۲	۰/۰۵
ایزوپروپانول	۱:۱	۲	۰/۳۵
ایزوپروپانول	۹:۱	۱	۰/۰۷۵
نرمال پروپانول	۹:۱	۲	۰/۰۴
نرمال پروپانول	۱:۱	۲	۰/۲۶
نرمال پروپانول	۹:۱	۱	۰/۰۶۵
اتیلن گلیکول	۹:۱	۲	۰/۰۲
اتیلن گلیکول	۱:۱	۲	۰/۱۵
اتیلن گلیکول	۹:۱	۱	۰/۰۴۵

گلیکول یا دی اتیلن گلیکول قابل کنترل است. علاوه بر این، با اندازه گیری گرانیوزی و تعیین دمای ذوب (دمای انجماد) پلی اتیلن گلیکول تهیه شده، می توان متوسط وزن مولکولی پلیمر ساخته شده را با استفاده از جدولهایی که در این زمینه وجود دارد، مشخص کرد. طی عمل خشی سازی مقدار زیادی از نمکهای معدنی جدا می شوند، ولی مقدار کمی از آنها به صورت ذرات خیلی ریز پراکنده می شود که نباید از ۳/۰ درصد وزنی تجاوز کند. اگرچه این اندازه نمک در بسیاری از کاربردها ناچیز است و اثری ندارد، ولی در بعضی از کاربردهای ویژه این مقدار اهمیت پیدا کرده و در پلیمر رسوب می کند که مشکلاتی را بوجود می آورد. برای رفع این مشکل به محلول زیر صافی یک نوع الکل یا گلیکول خطی سبک اضافه می شود.

معلوم شده است که الکل یا گلیکولهایی که کمتر از چهار اتم کربن در هر مولکول آنها وجود دارد از قبیل متانول، اتانول، پروپانول، بوتانول، اتیلن گلیکول یا پروپیلن گلیکول مناسباند. جدول ۳ نشان می دهد که برای یک نسبت مساوی از پلی اتیلن گلیکول به حلال مصرفی درصد وزنی خاکستر باقیمانده در محصول برای ایزوپروپانول از همه بیشتر و برای متانول از همه کمتر است. بنابراین، متانول از همه حلالها مناسبتر است. همچنین، مشخص گردید که اگر زمان ماند در حلال کم شود، درصد خاکستر محصول بین ۵۰ تا ۱۰۰ درصد وزنی افزایش می یابد. مثلا، چنانچه زمان ماند در حلال متانول برای درصد وزنی ۹ به ۱ از دو روز به یک روز تقلیل یابد، درصد خاکستر محصول از ۰/۰۱ به ۰/۰۲ درصد وزنی افزایش می یابد که نشان می دهد برای کاهش درصد خاکستر به زمان ماند در حلال بیشتر از یک روز نیاز است. مقدار حلال مصرفی بین ۳ تا ۱۰۰ درصد وزنی خواهد بود، ولی میزان بهینه آن بین ۸ تا ۳۰ درصد وزنی است (جدول ۴) که باید با مخلوط واکنش در مدت زمان معینی بین ۱ تا ۳ روز در دمای بین ۳۰ تا ۱۰۰ C (بستگی به میزان مخلوط واکنش دارد) کاملا همزده شود تا مخلوط یکپواختی بوجود آید. سپس، عمل همزدن متوقف شده و مخلوط برای مدت زمان معینی به همان حال نگاه داشته می شود. در بعضی از حالتها، برای واکنش بهتر مقدار معینی آب به مخلوط افزوده می شود که زمان ماند در حلال را کاهش می دهد. نتایج حاصل از این عمل در جدول ۴ نیز آورده شده است. زمان ماند در حلال ۲ روز از همه مناسبتر است، زیرا مشخص شد که پس از مدت زمان یک روز مقدار خاکستر محصول نسبت به دو روز بیشتر است و اگر زمان ماند در حلال به ۳ روز برسد با دو روز چندان تفاوتی نمی کند، ولی اگر به آن زمان بیشتری داده شود (مثلا ۲۵ روز)، با وجود اینکه زمان ماند در حلال کاهش می یابد (۰/۰۵ درصد)، ولی مقرون به صرفه نیست. چنانچه حلال مصرفی در هر غلظتی با مخلوط واکنش کاملا همگن نشود و انحلال پذیری آن نسبی باشد، ترجیح داده می شود که مقدار حلال به

کاتالیزورهای فلزایی کاربرد بیشتری دارند و مفیدترند، چون واکنش باز شدن حلقه اپوکسی در مجاورت این کاتالیزورها نسبت به کاتالیزورهای اسیدی از سرعت بیشتری برخوردار است. در صنایع از سود به دلیل فراوانی و قیمت کم و همچنین در دسترس بودن آن، که در مورد کاتالیزورها از اهمیت زیادی برخوردار است، استفاده می شود. در این واکنشها باید از محلول سود استفاده کرد، زیرا انحلال پذیری سدیم هیدروکسید در اتیلن گلیکول نسبت به انحلال پذیری آن در آب کمتر است و چنانچه از سود جامد استفاده شود ایجاد مشکل می کند. بنابراین، از محلول ۵۰ درصد سدیم هیدروکسید در آب که غلظت یون هیدروکسید به عنوان عامل هسه دوست در آن زیاد است، استفاده می شود.

اتیلن اکسید به نحوی به ظرف واکنش افزوده می شود که فشار آن ۳۵ تا ۴۰ lb/in² گردد. پس از کامل شدن واکنش، محصول عمل با یک اسید معدنی خشی شده و پس از صاف کردن آن و خارج کردن نمکهای معدنی تشکیل شده رنگبری می شود. مدت زمان واکنش ۲ تا ۴ ساعت است.

خواص پلی اتیلن گلیکولها به وزن مولکولی آنها بستگی دارد و به همین دلیل محصول بدست آمده از عمل پلیمر شدن از مایعی گرانیوز تا جامدی مومی شکل متغیر است. نسبت مواد اولیه، غلظت آغازگر و کاتالیزور از جمله عوامل کنترل کننده وزن مولکولی اند. گرانیوزی پلی اتیلن گلیکول با افزایش وزن مولکولی افزایش می یابد.

متوسط وزن مولکولی با نسبت وزنی اتیلن اکسید به اتیلن

وزن پلی اتیلن گلیکول (g)	وزن متانول مصرفی (g)	وزن آب اضافه شده (g)	زمان ماند در حلال (روز)	خاکستر محصول (درصد)
۲/۷	۱	-	۲	۰/۰۳
۵	۰/۵	-	۳	۰/۰۱۲
۵	۵	-	۳	-/۰۳
۵	۰/۵	-	۲	۰/۰۱
۱۰	۱	-	۲۵	۰/۰۰۵
۹	۱	-	۱	۰/۰۳۵
۹	۱	۰/۵	۱	۰/۰۱
۹	۱	۰/۲۵	۱	۰/۰۳۵
۳	۱	-	۱	۰/۰۲۵
۳	۱	۰/۰۵	۱	۰/۰۳
۳	۱	۰/۲۵	۱	۰/۰۴

واکنش نداده به وسیله گرم کردن یا تریق نیتروژن خارج می شوند. از این رو، عملیات اصلی خالص سازی برای خارج کردن کاتالیزور مصرفی انجام می گیرد که طی آن خاصیت سیرنشده گی نیز کاهش می یابد. بنابراین، اگر در تهیه پلی اتیلن گلیکول، پس از جدا کردن نمکهای معدنی در عملیات خنثی سازی کاتالیزور مصرفی، ۱۰ درصد وزنی متانول به محصول زیر صافی اضافه شود و مخلوط با همزن خوب یکساخت گردد، پس از مدت زمان دو روز با صاف کردن و جداسازی رسوبهای حاصل، پلی اتیلن گلیکولی بدست می آید که دارای حداکثر ۰/۰۱ درصد وزنی خاکستر خواهد بود.

مراجع

1. Mark H. F. and Gaylord N.G.; *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*; 6, 2nd ed., 106-20, 1969.
2. *Polyethylene Glycol*; Technical Data Sheets, Union Carbide Chemical, New York, 1987.
3. *Glycols- Properties and Uses*; Dow Chemical, Michigan, USA, 1989.
4. Miller P. H.; *Ethylene Glycol, Propylene Glycol and Their Derivatives* Kirk-Othmer; *Encyclopedia of Chemical Technology*; 10, 2nd ed., John Wiley & Sons, New York, 638-60, 1966.
5. Howard F., Improvement in and Relating to the Production of Alkylene Oxide Polymers; Br. Pat. 176,033; 1964.

اندره ای اضافه شود تا با مخلوط واکنش به حالت سیر شده درآید. مقدار دقیق حلال به ماهیت مخلوط واکنش و حلال بستگی دارد. اضافه کردن اندکی حلال، بیش از اندازه، به مخلوط واکنش سبب خواهد شد که لایه های نازک از مخلوط واکنش جداشود و دو فاز تشکیل گردد. حلال اضافه شده سبب می شود که انحلال پذیری نمکهای معدنی در مخلوط واکنش افزایش یابد و بلورهای بزرگتری از بلورهای کوچکتر تشکیل شود. زیرا، وقتی از حلال استفاده نمی شود مواد جامد احتمالی به صورت ذرات خیلی ریز معلق می شوند که این ذرات با عمل صاف کردن خارج نمی گردند. ذرات جامدی که با استفاده از الکل یا گلیکول جدا می شوند، بیشتر شامل نمکهای معدنی اسید مصرفی در مرحله قبلی اند. این مواد جامد چون حالت بلوری دارند بسادگی به کمک روشهای متعددی از قبیل صاف کردن معمولی، سانتریفوژ، رسوب زدایی یا ترکیبی از دو یا چند روش پیش گفته جدا می شوند و چون این ذرات به صورت دانه اند و حالت ژلاتینی ندارند، سرعت عمل صاف کردن زیاد بوده و عمل جداسازی سریع انجام می شود. سرانجام حلال مصرفی نیز به کمک عمل تقطیر در حلال از مخلوط واکنش جدا می شود.

نتیجه گیری

محصول خام بدست آمده از واکنش اتیلن اکسید و آب در مجاورت کاتالیزور قلیایی به علت ناخالصیهای موجود در آن باید خالص سازی شود، بویژه اگر در ساخت پلی یورتانها یا مواد دارویی از آن استفاده می شود. روش خالص سازی بدین ترتیب است که آلکین اکسیدهای

- Polymeric Materials; Br. Pat. 1,016,535; 1966.
14. Purification of Polyoxyalkylene Oxide; Mitsui Chemical; Jap. Pat. 40-15833; 1965.
 15. Leis D. G. et al.; Stabilization of Polyoxyalkylene Compounds; US. Pat. 3,185,735; 1965.
 16. Standler R.; *Polymer Synthesis*; Academic, New York, **3**, 147-50, 1974.
 17. Mark H.F. and Gaylord G. N.; *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*; Wiley Interscience, New York, **6**, 106-120, 1986.
 18. Beauchamp W. D. et al.; Purification of Crude Alkylene Oxide Polymer; US. Pat. 3,016,404; 1982.
 19. British pharmacopeia, Appendix VA, Method II, 1993.
 20. Ibid, Appendix IX, A.
 21. Ibid, Appendix VH, Method I.
 22. Ibid, Appendin VL.
 23. Ibid, Appendin VG.
 24. Ibid, Appendin VE.
 6. *Carbowax Polyethylene Glycols*; Brochure F- 4772F, Union Carbide Chemical, New York, 1988.
 7. Campbell J. et al., Improvement in and Relating to a Preparation of Polyoxyalkylene Compound; Br. Pat. 870,475; 1963.
 8. Gudgeon H. et al.; Purification and Stabilization of Polyethers; Br. Pat. 958,390; 1964.
 9. Fife H. R. et al.; Improvements in Production of Polyoxyalkylene Oxide Compounds; Carbide & Carbon Chemicals; Br. Pat. 601,604; 1984.
 10. Ellis J. C. M. G. et al.; Improvements in and Relating to the Preparation of Polyoxyalkylene Oxide Compounds; Shell Research; Br. Pat. 870,457; 1961.
 11. Bowe W. H. et al., Process for the Purification to Polyethers, ICI; Br. Pat. 1,116,501; 1968.
 12. Stabilization of Alkylene Oxide Polyether, Nippon Soda; Jap. Pat. 43-8621; 1968.
 13. ICI; Improvements in or Relating to the Manufacture of