



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 80.06.16 (P. 225044)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 81.12.24

Opis patentowy opublikowano: 1985.12.30

Int. Cl.³
C07C 39/367

Twórcy wynalazku: Alina Kowalska-Kiedik, Czesław Latocha,
Włodzimierz Podstawa, Zdzisława Więckowska,
Marian Sosnowski

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej
„Blachownia”, Kędzierzyn-Koźle (Polska)

Sposób oczyszczania czterobromodianu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania czterobromodianu, produktu stosowanego jako dodatku obniżającego palność tworzyw sztucznych i włókien syntetycznych.

Wiadomym jest, że w reakcji bromowania dianu otrzymuje się 2,2'-dwu(3,5-dwubromo-4-hydroksyfenilo)-propan oraz niewielką ilość 2-(3,5-dwubromo-4-hydroksyfenilo)-2'-(3'-bromo-4'-hydroksyfenilo)-propanu czyli trójbromodianu i pewną ilość zanieczyszczeń.

Sposób prowadzenia procesu bromowania, a więc stosowanie jako czynnika bromującego ciekłego bromu lub mieszaniny ciekłego bromu i gazowego chloru w procesie mycia i neutralizacji produktu powoduje powstanie bromku lub chlorku sodowego.

W znanym sposobie syntezy czterobromodianu proces neutralizacji produktu kwaśnego prowadzony jest za pomocą roztworu ługu sodowego. Proces ten powinien być prowadzony w taki sposób aby zapobiec tworzeniu się czterobromodianu sodowego.

Celem wynalazku było znalezienie takiego sposobu neutralizacji i oczyszczania czterobromodianu, który zapewniłby wysoką czystość produktu, a tym samym stabilność termiczną porównywalną ze stabilnością termiczną czystego czterobromodianu.

Istota wynalazku polega na tym, że otrzymany w reakcji bromowania dianu w środowisku alko-

2

holowo-wodnym w podwyższonej temperaturze produkt w postaci zawiesiny wodnej poddaje się dwustopniowej neutralizacji w ten sposób, że w pierwszym stopniu działa się na zawiesinę 18—20% roztworem ługu sodowego dozując roztwór ługu z taką prędkością, aby temperatura nie przekroczyła 30°C, do uzyskania pH wodnego wyciągu w granicach 3,8—4,2, a w drugim stopniu wprowadza się 5—10% roztwór ługu sodowego do uzyskania pH wodnego wyciągu w granicach 5,5—6, po czym produkt poddaje się filtracji i myciu wodą o temperaturze 60—90°C.

Nieoczekiwanie zaobserwowano, że w trakcie dwustopniowego zobojętniania zawiesiny poreakcyjnej pochodzącej z procesu wytwarzania czterobromodianu uzyskuje się produkt inny pod względem odporności termicznej niż wtedy, gdy proces zobojętniania prowadzi się jednoetapowo.

Dwustopniowe zobojętnianie mieszaniny poreakcyjnej z zachowaniem odpowiednich parametrów prowadzi do uzyskania produktu o lepszych właściwościach termicznych, wyższej temperaturze rozkładu, dzięki czemu stosowany być może w szerszym zakresie temperatur przetwórstwa i aplikacji tworzyw sztucznych.

Zobojętniany sposobem według wynalazku czterobromodian wykazuje właściwości termiczne zbliżone do czystego czterobromodianu, podczas gdy czterobromodian zobojętniany jednostopniowo posiada gorsze właściwości termiczne, objawiające się

szybszym rozkładem w początkowym stadium rozkładu termicznego.

Przykład I. Do zawiesiny 150 kg kwaśnego czterobromodanu w 400 l wody zimnej intensywnie mieszając dodano 20% roztwór ługu dozując go w ten sposób, aby temperatura nie przekroczyła 30°C; po wdozowaniu 1,5 kg roztworu ługu uzyskano pH wyciągu wodnego = 4,1. Następnie dozowano 5% roztwór ługu sodowego nadal mieszając; po wdozowaniu 0,4 kg uzyskano pH wyciągu = 6. Całość przefiltrowano, a osad zmieszano z wodą o temperaturze 90°C. Uzyskany produkt wysuszono i zbadano jego czystość metodą analizy termogravimetrycznej.

Dla porównania wykonano analizę termograficzną produktu uzyskanego w jednostopniowym procesie zobojętnienia i produktu czystego chemicznie. Analizę termogravimetryczną wykonano za pomocą termoanalyzera TA-2 firmy Mettler. Około 500 mg próbki umieszczono w tyglach platynowych, ogrzewano z szybkością wzrostu temperatury 10°C/min w przepływie argonu. Rejestrowano krzywe ubytku masy oraz szybkość ubytku masy. W stosowanych warunkach rozkład termiczny wszystkich trzech produktów rozpoczynał się w temperaturze 225°C.

W przypadku próbki zobojętnianej sposobem według wynalazku i próbki chemicznie czystego czterobromodanu, krzywe rozkładu i ubytku masy były prawie jednakowe; w przypadku próbki

czterobromodanu zobojętnionego jednostopniowo krzywa rozkładu termicznego wykazywała pewien garb pochodzący od nieorganicznych soli sodu zawartych w tym produkcie, a sama szybkość rozkładu w początkowym stadium była większa niż w czystym czterobromodanie i czterobromodanie zobojętnianym sposobem według wynalazku.

W opisanych warunkach ubytek masy czystego chemicznie czterobromodanu oraz czterobromodanu zobojętnionego sposobem według wynalazku w zakresie temperatur 225—270°C wynosi 0,4% wagowych, a ubytek masy czterobromodanu zobojętnionego jednostopniowo wynosi 5—7%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania czterobromodanu powstałego w reakcji bromowania dianu w środowisku alkoholowo-wodnym, w podwyższonej temperaturze, przez zobojętnianie roztworem wodorotlenku sodowego, filtrację i mycie wodą, **znamienny tym**, że w pierwszym stopniu na zawiesinę wodną czterobromodanu działa się 18—20% roztworem ługu sodowego, dozując roztwór ługu z taką prędkością, aby temperatura nie przekroczyła 30°C, do uzyskania pH wodnego wyciągu w granicach 3,8—4,2, a w drugim stopniu wprowadza się 5—10% roztwór ługu sodowego do uzyskania pH wodnego wyciągu w granicach 5,5—6, po czym produkt poddaje się filtracji i myciu wodą o temperaturze 60—90°C.