



Patent dodatkowy
do patentu 50763

Zgłoszono: 15.VIII.1967 (P 122 192)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.XII.1971

Kl. 12 o, 26/03

MKP C 07 f, 5/06

UKD

Współtwórcy wynalazku: Maria Jarzyńska, Zdzisław Bańkowski

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania związków alkiloglinowych z α -olefin, glinu metalicznego i wodoru

1

Przedmiotem patentu nr 50763 jest sposób wytwarzania związków alkiloglinowych z glinu, wodoru i α -olefiny, w którym syntezę reagentów prowadzi się przy ciągłym mieszaniu reagentów w obecności dodatków o rozwiniętej powierzchni i twardości większej od twardości glinu. W sposobie tym glin poddawano uprzednio w innej aparaturze wielogodzinnej aktywacji w obecności związku alkiloglinowego i wymienionych dodatków. Następnie zaktywowany glin i pozostałe reagenty poddawano syntezie przy ciągłym mieszaniu w obecności dodatków — substancji o rozwiniętej powierzchni, zwłaszcza w obecności tlenku glinowego, tlenku magnezowego, krzemionki lub glinokrzemianów. Uzyskano w ten sposób możliwość prowadzenia syntezy związków alkiloglinowych pod ciśnieniem poniżej 10 at.

Stwierdzono, że można znacznie uprościć proces przez wyeliminowanie wstępnej aktywacji glinu, bądź znaczne jej skrócenie, jeżeli w procesie syntezy oprócz dodatków przytoczonych w opisie patentowym nr 50763 zastosuje się równocześnie elementy mechaniczne o znacznej twardości i masie zapewniające w czasie procesu stałe mechaniczne rozdrabnianie glinu i mieszanie reagentów.

Sposób według wynalazku prowadzi się w reaktorze o konstrukcji urządzenia rozdrabniającego, korzystnie z wyłożeniem glinowym, jak na przykład w urządzeniu zaopatrzonem w elementy rozdrabniające na zasadzie siły odśrodkowej lub w

2

urządzeniu typu cylindrycznego lub stożkowego młyna kulowego posiadającym toczące się i uderzające elementy.

Sposobem tym uzyskuje się żądany efekt aktywacji glinu w trakcie prowadzenia syntezy na skutek stale zachodzących procesów ścierania, zgniatania, rozrywania lub łamania przez uderzanie elementów mechanicznych przy współudziale twardszych od glinu dodatków o rozwiniętej powierzchni. Podczas tak prowadzonego procesu następuje nie tylko właściwe rozdrabnianie glinu metalicznego i odsłanianie świeżej powierzchni metalu, lecz również stałe wytwarzanie defektów sieci krystalicznej i rozrywanie nowych wiązań Al—Al.

W warunkach tych jest więc glin specjalnie aktywny, a ponieważ w reaktorze styka się w odpowiedniej temperaturze natychmiast z wodorem i α -olefiną, znacznie łatwiej tworzą się związania Al-C i Al-H niż w przypadku prowadzenia aktywacji poza środowiskiem reakcji. Ponadto zderzenie ciężkich elementów mechanicznych z metalicznym glinem i twardymi dodatkami wywołują powstawanie miejscowych zwiększonych ciśnień rzędu kilkudziesięciu do kilkuset atmosfer nie powodujących zwiększenia ciśnienia w całym reaktorze, które jest zależne tylko od ilości wprowadzonego wodoru i temperatury reakcji.

Zaletą ulepszonego sposobu prowadzenia syntezy związków alkiloglinowych jest znaczne uproszcze-

nie technologii na skutek niemal całkowitego wyeliminowania oddzielnego procesu aktywacji glinu.

Przykład. W autoklawie obrotowym, zawierającym kule stalowe, działającym na zasadzie młyna kulowego, wypełnionym wodorem, poddano mieszaniu przez godzinę w temperaturze pokojowej 35 g glinu wobec 5 g tlenku glinowego i 60 g trój-n-oktyloglinu. Następnie wprowadzono 300 g n-oktenu i wodór do ciśnienia 5 at, po czym cały czas obracając autoklaw ogrzewano go do 120°C. Temperaturę tę utrzymywano przez cały czas reakcji. Po godzinie od chwili osiągnięcia tej temperatury ciśnienie w autoklawie zaczęło spadać.

Wodór w autoklawie uzupełniono kilkakrotnie do ciśnienia początkowego w celu doprowadzenia potrzebnej ilości wodoru. Z autoklawu po 8 godzinach odebrano 260 g trój-n-oktyloglinu i 45 g wodorodwuoktyloglinu. Końcowe ciśnienie po ostygnięciu autoklawu wynosiło 2,5 at.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania związków alkiloglinowych z α -olefin, glinu metalicznego i wodoru w obecności dodatków o rozwiniętej powierzchni, zwłaszcza w obecności tlenku glinowego, tlenku magnezowego, krzemionki lub glinokrzemianów, pod ciśnieniem normalnym lub zwiększonym, przy ciągłym mieszaniu reagentów według patentu nr 50763, **znamienny tym**, że glin metaliczny aktywuje się w czasie procesu syntezy przez wprowadzenie do mieszaniny reakcyjnej twardych elementów mechanicznych, utrzymywanych w intensywnym ruchu i powodujących ciągle rozdrabnianie glinu, odnawianie jego powierzchni i wytwarzanie w masie reakcyjnej miejscowych ciśnień rzędu kilkudziesięciu do kilkuset atmosfer bez zwiększania ogólnego ciśnienia środowiska reakcji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w reaktorze o konstrukcji urządzenia rozdrabniającego zaopatrzonego w mechaniczne elementy rozdrabniające na zasadzie siły odśrodkowej lub w urządzeniu typu młyna kulowego, cylindrycznego lub stożkowego.