



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 80 07 10 (P. 225572)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 01 18

Opis patentowy opublikowano: 1985 12 30

Int. Cl.³
C01B 6/10

Twórcy wynalazku: Krzysztof Jaworski, Stanisław Pasynkiewicz, Piotr Stefaniak

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania dwuborosześciowodoru

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania dwuborosześciowodoru o wzorze B_2H_6 .

Związek ten jest wykorzystywany jako podstawowy składnik do produkcji borowodorów o ogólnych wzorach B_nH_{n+4} i B_nH_{n+6} , w których n oznacza liczby całkowite większe lub równe 2. Związki te znalazły zastosowanie jako składniki wysokoenergetycznych paliw do otrzymywania polikarboranów — najlepszych z dotychczas otrzymywanych tworzyw sztucznych oraz jako reagenty w nowoczesnej syntezie organicznej na przykład do selektywnych addycji i redukcji wiązań wielokrotnych, syntez w łagodnych warunkach pierwszo i drugorzędowych alkoholi, glikoli, amin, trójalkilborów o prostych i rozgałęzionych podstawnikach.

Znanymi sposobami dwuborosześciowodoru wytwarza się przez bezpośrednie uwodornienie związków boru. Sposoby te są przedstawione w opisach patentowych Stanów Zjednoczonych Ameryki nr, nr 2 543 511, 2 568 815. Jednakże, żadnym z tych sposobów nie udaje się otrzymywać dwuborosześciowodoru z wydajnościami ilościowymi.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu wytwarzania dwuborosześciowodoru, który zapewniłby dużą czystość i wysoką wydajność końcowego produktu.

Sposób wytwarzania dwuborosześciowodoru o wzorze B_2H_6 , według wynalazku polega na tym, że suchy borowodorek sodu lub jego zawiesinę

2

w rozpuszczalniku organicznym takim jak tetrahydrofuran lub eter dwu-n-butyłowy poddaje się reakcji z czystym fenolem lub α -naftolem lub β -naftolem lub orto-nitrofenolem lub kwasem salicylowym lub kwasem sulfosalicylowym lub kwasem sulfoanilowym lub kwasem orto-toluenosulfonowym lub kwasem para-toluenosulfonowym lub z ich roztworami w tetrahydrofuranie lub eterze dwu-n-butyłowym w czasie od 20 minut do 5 godzin w temperaturze od 20°C do 90°C, w atmosferze suchego gazu obojętnego takiego jak azot lub argon. Wydzielającą się mieszaninę gazów, to jest dwuborosześciowodoru i wodoru chłodzi się ciekłym azotem w celu wydzielenia czystego dwuborosześciowodoru. Substraty stosuje się w stosunkach moliowych 1:1.

Przedmiot wynalazku jest bliżej wyjaśniony w przykładach wykonania, które jednakże nie ograniczają jego zakresu.

Przykład I. Do zawiesiny 1,0140 g (0,0268 mola) borowodoru sodowego w 8 g tetrahydrofuranu wprowadza się w atmosferze oczyszczonego i suchego azotu w temperaturze 20°C 2,522 g (0,0268 mola) fenolu w 16 g tetrahydrofuranu. Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się od temperatury 20°C do 90°C wkraplając roztwór fenolu w tetrahydrofuranie przez 4 godziny. Wydzielającą się w trakcie reakcji mieszaninę dwuborosześciowodoru i wodoru chłodzi się ciekłym azotem w celu wydzielenia dwuborosześciowodoru. Objętość otrzymanego dwu-

3
borosześciowodoru wynosi 179 cm³ co stanowi 61% wydajności teoretycznej.

Przykład II. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu jak w przykładzie I dodaje się 3,86 g (0,0268 mola) α -naftolu w 20 g tetrahydrofuranu. Objętość otrzymanego dwuborosześciowodoru wynosi 140 cm³ co stanowi 50% wydajności teoretycznej.

Przykład III. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu jak w przykładzie I dodaje się 3,86 g (0,0268 mola) β -naftolu w 20 g tetrahydrofuranu. Objętość otrzymanego dwuborosześciowodoru wynosi 290 cm³, co stanowi 97% wydajności teoretycznej.

Przykład IV. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu jak w przykładzie I dodaje się 3,73 g (0,0268 mola) orto-nitrofenolu w 25 g tetrahydrofuranu. Objętość otrzymanego dwuborosześciowodoru wynosi 224 cm³ co stanowi 77% wydajności teoretycznej.

Przykład V. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu jak w przykładzie I dodaje się 3,70 g (0,0268 mola) kwasu salicylowego w 25 g tetrahydrofuranu. Objętość otrzymywanego dwuborosześciowodoru wynosi 298,7 cm³ co stanowi 100% wydajności teoretycznej.

Przykład VI. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu jak w przykładzie I dodaje się 5,85 g kwasu sulfosalicylowego w 25 g tetrahydrofuranu. Objętość otrzymanego dwuborosześciowodoru wynosi 75 cm³ co stanowi 25% wydajności teoretycznej.

Przykład VII. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu jak w przykładzie I dodaje się 4,64 g kwasu sulfo-

4
anilowego w 30 g tetrahydrofuranu. Objętość otrzymanego dwuborosześciowodoru wynosi 73 cm³ co stanowi 24% wydajności teoretycznej.

5
Przykład VIII. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu jak w przykładzie I dodaje się 4,61 g kwasu orto-toluenosulfonowego w 30 g tetrahydrofuranu. Objętość otrzymanego dwuborosześciowodoru wynosi 100 cm³ co stanowi 33% wydajności teoretycznej.

10
Przykład IX. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I, z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu dodaje się 4,61 g kwasu para-toluenosulfonowego w 30 g tetrahydrofuranu. Objętość otrzymanego dwuborosześciowodoru wynosi 113 cm³ co stanowi 38% wydajności teoretycznej.

15
Przykład X. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że do przygotowanej zawiesiny o takim samym składzie i stężeniu wprowadza się 3,86 g β -naftolu. Objętość otrzymanego dwuborosześciowodoru wynosi 290 cm³ co stanowi 97% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

20
Sposób wytwarzania dwuborosześciowodoru o wzorze B₂H₆, **znamienny tym**, że suchy borowodorek sodowy lub jego zawiesinę w rozpuszczalniku organicznym takim jak tetrahydrofuran lub eter dwu-n-butyłowy poddaje się reakcji z czystym fenolem α -naftolem, lub β -naftolem, lub orto-nitrofenolem, lub kwasem salicylowym, lub kwasem sulfosalicylowym, lub kwasem sulfoanilowym lub kwasem orto-toluenosulfonowym, lub paratoluenosulfonowym, lub z ich roztworami w tetrahydrofuranie lub eterze dwu-n-butyłowym w czasie od 20 minut do 5 godzin, w temperaturze od 20°C do 90°C, w atmosferze suchego gazu obojętnego takiego jak azot lub argon, po czym schładza się otrzymaną mieszaninę dwuborosześciowodoru i wodoru.