

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

54694

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 11.I.1966 (P 112 414)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 8.III.1968

Kl. 12 o, 26/03

MKP ~~C-08~~ g

UKD

C 07 f, 1

3/02

Współtwórcy wynalazku: prof. mgr inż. Włodzimierz Daniewski, mgr
inż. Władysław Brud

Właściciel patentu: Instytut Chemii Ogólnej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania chlorku winylomagnezowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania chlorku winylomagnezowego, cennego półproduktu stosowanego do wielu syntez.

Chlorek winylomagnezowy otrzymywano dotychczas przez reakcję chlorku winylu z magnezem w środowisku czystego, bezwodnego czterohydrofuranu. Wymagało to skomplikowanego, kosztownego i niebezpiecznego, ze względu na możliwość eksplozji nadtlenków, procesu oczyszczania i odwadniania czterohydrofuranu przez kilkakrotną destylację z nad stałego, rozdrobnionego wodorotlenku potasu i sodu metalicznego.

Do zawiesiny magnezu w oczyszczonym i odwodnionym czterohydrofuranie wprowadzano niewielką ilość halogenku metylu lub etylu jako inicjatora i dopiero po zainicjowaniu w ten sposób reakcji Grignarda i ogrzaniu mieszaniny do temperatury 50–55°C wprowadzano do niej chlorek winylu.

Kłopotów odwadniania i oczyszczania czterohydrofuranu uniknięto w sposobie według wynalazku stosując w reakcji otrzymywania chlorku winylomagnezowego aktywator reakcji Grignarda, to jest nasycony roztwór chlorku winylomagnezowego w czterohydrofuranie. Przebieg procesu przedstawia się następująco. Do wypełnionego azotem reaktora wprowadza się nasycony roztwór chlorku winylomagnezowego w czterohydrofuranie, przygotowany w sposób tradycyjny lub z poprzedniego procesu w ilości około 8% masy czterohydrofu-

2

ranu. Następnie dodaje się wióry magnezowe i techniczny czterohydrofuran, stabilizowany do 0,5% butylohydroksyanizolem lub butylohydroksytoluenem, zawierającym do 0,5% wody. Po podgrzaniu mieszaniny dodaje się gazowy chlorek winylu utrzymując temperaturę do 0,5°C. Otrzymany roztwór stosuje się następnie do dowolnych syntez prowadzonych metodą Grignarda.

Przykład. W reaktorze umieszcza się około 0,4 kg nasyconego roztworu chlorku winylomagnezowego w czterohydrofuranie dodaje 5,0 kg czterohydrofuranu, stabilizowanego 0,025% butylohydroksytoluenem i zawierającego około 0,15% wody, po czym wprowadza 0,75 kg wiórów magnezowych. Po podgrzaniu mieszaniny do temperatury 55–60°C wprowadza się mieszając czysty gazowy chlorek winylu. Chlorek winylomagnezowy otrzymuje się z wydajnością 6,2 mola na liter roztworu. W tej postaci stosuje się go do syntezy dowolnych związków metodą Grignarda.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania chlorku winylomagnezowego przez reakcję chlorku winylu z magnezem w środowisku czterohydrofuranu, w podwyższonej temperaturze **znamienny tym**, że gazowy chlorek winylu wprowadza się do zaktywowanej nasyconym roztworem chlorku winylomagnezowego w czterohydrofuranie w ilości około 8% w stosunku

do czterohydrofuranu zawiesiny magnezu w czterohydrofuranie zawierającym do 0,05% stabilizatora typu butylohydroksyanizolu lub butylohydro-

ksytoluenu i do 0,5% wody, w temperaturze 55—60°C.