

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

256661

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 08 G 65/44

(22) Přihlášeno 17 09 85

(21) PV 6594-85

(40) Zveřejněno 17 09 87

(45) Vydáno 16 01 89

(75)

Autor vynálezu

ČIERNIK JÁN ing. CSc., SPOUSTA EDUARD ing. CSc.,

AMBROS DUŠAN ing. CSc., BRNO, ŠTASTNÝ MILAN ing. CSc., TŘEBÍČ

(54) **Způsob izolace směsi oligomerů polyfenylenoxidu s mědí z matečných louhů po polymeraci 2,6-xylenolu na polyfenylenoxid**

Řešení se týká způsobu izolace směsi oligomerů s mědí z matečných louhů po polymeraci 2,6-xylenolu na polyfenylenoxid. Matečné louhy po oddestilování lehce těkavých složek se extrahují vodou anebo alkoholy. Nerozpustná část, která obsahuje oligomery polyfenylenoxidu spolu s kovovou mědí se izoluje.

Vynález se týká způsobu izolace směsi oligomerů s mědí z matečných louhů po polykondenzaci 2,6-xylenolu na polyfenylenoxid.

Při oxidační polykondenzaci 2,6-xylenolu se na polyfenylenoxid (PFO) má z mnoha vlivů největší vliv použitý katalytický systém. Proto je převaha pozornosti při studiu průběhu katalytické oxidace věnována výběru látek tvořící katalytický komplex: Byly navrženy katalytické systémy na bázi solí jednomocné mědi s primárními nebo sekundárními aminy, sloučenin dvoumocné mědi s terciárními aminy a sloučenin dvoumocné mědi s primárními nebo sekundárními jednoduchými alkylaminými nebo amoniakem.

V technické praxi je polymerační prostředí pro oxidační polymeraci 2,6-xylenolu tvořeno směsí aromatického uhlovodíku s alkoholem, například benzenem nebo toluenem v kombinaci s etylalkoholem nebo metylalkoholem. Nejpožívanější katalytický systém pak představuje komplex chloridu měďnatého nebo měďného s aminem, například morfolinem, cyklohexylaminem a podobně.

Vyloučený polymer (polyfenylenoxid - PFO) se z polymeračního prostředí izoluje zpravidla filtrací. Filtrát (matečné louhy), obsahující oligomery PFO, aromatický uhlovodík, alkohol, chlorid měďný nebo měďnatý s aminem, je pak předmětem jeho samostatného zpracování.

Zpracování filtrátů - matečných louhů dosud spočívá v tom, že se nastříkují do filmové rotační odparky nebo jiného typu odparky a veškeré těkavé podíly se na vhodných rektifikačních kolonách dělí a vrací zpět k novému použití. V odparce zůstává nebo z kontinuálně pracující odparky vytéká směs oligomerů a rozkladných produktů katalytického systému. Pro zlepšení tokových vlastností vytékajících zbytků se někdy přidávají ztekucovadla, například mazut, který je součástí nástřiku matečných louhů do odparky. Izolace mědi z odparky takto získaného nebyla dosud řešena. Možnost praktického využití tohoto odparku, zvláště obsahuje-li ztekucovadlo, je velmi problematická. Z hlediska jeho množství představuje po ekonomické stránce významnou položku.

I bez ztekucovadla odparek vytékající ze zahušťovacího systému - odparky obsahuje ještě značné množství aminů, které tvoří odparek plastickým, měkkým až tekutým a tím i velmi obtížně manipulovatelným. Jeho skladování v kovových obalech je velmi omezené, protože odparek je značně korozivní. V popise vynálezu k čs. autorskému osvědčení č. 250 949 je popsán způsob regenerace mědi z matečných louhů jejich zpracováním kapalinovou extrakcí za použití extrakčního činidla nerozpustného v aromatických uhlovodících, jako je voda, etylenglykol, glycerin, monoetanolamin, dietanolamin, a z těžké polární fáze se po odpaření vyloučí kovová měď, která se izoluje odstředěním nebo filtrací.

Předmětem vynálezu je způsob izolace směsi oligomerů polyfenylenoxidu s mědí z matečných louhů po oxidační polykondenzaci 2,6-xylenolu katalyzované komplexy mědi a aminy, obsahující aromatické uhlovodíky, alkoholy a aminy, při které se matečné louhy zahustí oddestilováním lehce těkavých složek a zahuštěný zbytek se extrahuje vodou anebo jednomocnými či vícemocnými alkoholy a nerozpustná část obsahující oligomery polyfenylenoxidu spolu s kovovou mědí se izoluje.

Vedle vody lze k extrakci použít alkoholy. Z nich jsou nejvhodnější ty, které tvoří součást polymeračního média jako metylalkohol, etylalkohol, lze však i použít etylenglykol, glycerin a podobně, které velmi dobře extrahují ze zahuštěných zbytků matečných louhů zbytky neoddestilovaných aminů rozkladných produktů katalytického systému - mimo kovovou měď. Tím se nerozpustný zbytek stává velmi dobře izolovatelným odstředěním, dekantací nebo filtrací a manipulovatelným i po vysušení na práškovou formu.

Složení matečných louhů je přibližně: 35 až 50 % objemových aromatických uhlovodíků, 50 až 65 % objemových alkoholů, 0,5 až 4,0 % objemových vod, 0,2 až 4,5 % objemových aminů a 0,05 až 5 % hmotnostních chloridů měďných nebo měďnatých.

Výhodou tohoto postupu je, že z takto izolované směsi oligomerů s kovovou mědí lze měď vyextrahovat minerálními kyselinami, nebo rozpuštěním oligomerů v chlorovaných uhlovodících ji jako nerozpustnou část izolovat odstředěním či filtrací.

Další výhodou tohoto postupu je, že směs oligomerů s mědí neobsahuje chlor, který jinak brání jejímu zpracování v hutích.

V případě použití metylalkoholu nebo etylalkoholu jako extrakčních činidel, rozpouští tyto alkoholy oligomery o nejnižších molekulárních hmotnostech a tím se umožňuje získat směs oligomerů s podstatně vyšším obsahem kovové mědi.

Destilace - zahušťování matečných louhů se může provádět na různých typech odparek pracujících za vakua nebo i bez vakua, kontinuálně nebo diskontinuálně.

Vynález osvětlí následující příklady. % v příkladech jsou objemová.

P ř í k l a d 1

10 litrů matečných louhů obsahující 43,4 % toluenu, 54,5 % metylalkoholu, 1,0 % vody, 1,1 % morfolinu a 1,27 g/l dihydrátu chloridu měďnatého se destilací zahustí na objem 140 ml a extrahuje 1 500 ml vody. Získá se 50 g ve vodě nerozpustné části obsahující vedle oligomerů 4,7 g kovové mědi.

P ř í k l a d 2

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo vody se použije stejný objem metylalkoholu. Získá se 23 g v metylalkoholu nerozpustné části, obsahující vedle oligomerů 4,7 g kovové mědi.

P ř í k l a d 3

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo vody se použije stejný objem etylalkoholu. Získá se 24 g v etylalkoholu nerozpustné části, obsahující vedle oligomerů 4,7 g kovové mědi.

P ř í k l a d 4

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo vody se použije stejný objem etylenglykolu. Získá se 37 g nerozpustné části, obsahující vedle oligomerů 4,7 g kovové mědi.

P ř í k l a d 5

Postupuje se podle příkladu 2, jen matečné louhy se zahustí na objem 170 ml. Získá se 20 g v metylalkoholu nerozpustné části, obsahující 4,7 g kovové mědi.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob izolace směsi oligomerů polyfenylenoxidu s mědí z matečných louhů po oxidační polykondenzaci 2,6-xylenolu katalyzované komplexi mědi s aminy, obsahující aromatické uhlovodíky, alkoholy, aminy a alkanolaminy vyznačený tím, že matečné louhy se zahustí oddestilováním lehce těkavých složek a zahuštěný zbytek extrahuje vodou, anebo jednomocnými či vícemocnými alkoholy a nerozpustná část obsahující oligomery polyfenylenoxidu spolu s kovovou mědí se izoluje.