



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

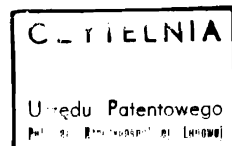
Int. Cl.³ C08F 14/08
C08F 8/20

Zgłoszono: 14.10.82 (P. 238646)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 15.08.83

Opis patentowy opublikowano: 28.02.1985



Twórcy wynalazku: Ryszard Tadeusz Sikorski, Elżbieta Czerwińska

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania chlorowanego polichlorku winilidenu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania chlorowanego polichlorku winilidenu (PWCl_2), przeznaczonego zwłaszcza jako składnik do tworzyw samogasnących.

Dotychczas nie jest znany sposób otrzymywania chlorowanego polichlorku winilidenu, natomiast znany jest sposób otrzymywania kopolimerów chlorku winilidenu i chlorku winylu.

Istota wynalazku polega na tym, że polichlorek winilidenu zawieszony w nie ulegającym chlorowaniu rozpuszczalniku, najlepiej chlorobenzenie, do stężeń wagowych 1–20%, najlepiej 5% wagowych, w temperaturze 10–90°C, najlepiej w temperaturze optymalnej temperatury rozpadu inicjatora, chloruje się czynnikiem chlorującym, najlepiej chlorkiem siarczyny lub chlorem gazowym, w obecności 1–10% wagowych inicjatora rodnikotwórczego w postaci azobisisobutyronitrylu w stosunku do polichlorku winilidenu, a chlorowanie prowadzi się do pełnego podstawienia polichlorku winilidenu, przy czym po zakończeniu reakcji otrzymany chlorowany polichlorek winilidenu odfiltruje się z mieszaniny reakcyjnej.

Reakcja przebiega pomiędzy rodnikiem powstałym z rozpadu inicjatora rodnikotwórczego a chlorkiem siarczyny, w wyniku czego powstaje rodnik chlorosulfonowy. Rodnik chlorosulfonowy reaguje następnie z wodorem grupy metylenowej polichlorku winilidenu. Makrorodnik polichlorku winilidenu reaguje następnie z cząsteczką chlorku siarczyny tworząc chlorowany polichlorek winilidenu oraz rodnik chlorosulfonowy zdolny do dalszych reakcji. Zakończenie procesu następuje albo przez wyczerpanie łańcuchów kinetycznych, co zabezpiecza się dostatecznym dodatkiem inicjatora albo po wyczerpaniu reaktywnych miejsc polichlorku winilidenu. Powstały produkt dzięki zawartości dodatkowo o jeden mol chlorku w merze, nabiera dużej odporności chemicznej i ogniowej.

Zasadniczą więc zaletą sposobu według wynalazku jest wytworzenie chlorowanego polichlorku winilidenu o głębokim stopniu chlorowania, zawierającego do 80,6% wagowych chlorku, co odpowiada obecności 3 atomów chlorku w merze polimeru.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładach wykonania.

Przykład I. Do kolby trójszyjnej o pojemności 500 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, miszadło i termometr, wprowadza się 10 g polichlorku winilidenu i 250 ml chlorobenzenu i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną do temperatury 80°C. Następnie dodaje się 0,1 g azobisisobutyronitrylu i

30 g destylowanego chlorku siarki. Reakcję prowadzi się przez 100 godzin. Po zakończeniu reakcji chlorowany polichlorek winilidenu odsącza się i przemycza metanolem, suszy w temperaturze 50°C. Otrzymuje się chlorowany polichlorek winilidenu, który jest produktem koloru jasnożółtego, zawierającym 80,6% wagowych chloru.

Przykład II. Do kolby czteroszyjnej o pojemności 500 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, mieszadło, termometr i kapilarę z doprowadzeniem chloru, wprowadza się 10g polichlorku winilidenu i 250 ml chlorobenzenu i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną do temperatury 80°C. Następnie dodaje się 0,1 g azobisisobutyronitrylu i wprowadza się powolny strumień chloru. Reakcję prowadzi się przez 100 godzin w temperaturze 80°C. Po zakończeniu reakcji produkt odsącza się i oczyszcza ogólnie znanymi metodami. Otrzymuje się chlorowany polichlorek winilidenu, który jest produktem koloru jasnożółtego, zawierającym 80,6% wagowych chloru. Otrzymany chlorowany polichlorek winilidenu nie jest rozpuszczalny w typowych rozpuszczalnikach organicznych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania chlorowanego polichlorku winilidenu, **znamienny tym**, że polichlorek winilidenu zawieszony w nie ulegającym chlorowaniu rozpuszczalniku, najlepiej chlorobenzenu, do stężeń wagowych 1–20%, najlepiej 5% wagowych, w temperaturze 10–90°C, najlepiej w temperaturze do optymalnej temperatury rozpadu inicjatora rodnikotwórczego, chloruje się czynnikiem chlorującym, najlepiej chlorkiem siarki lub chlorem gazowym, w obecności 1–10% wagowych inicjatora rodnikotwórczego w postaci azobisisobutyronitrylu w stosunku do polichlorku winilidenu, a chlorowanie prowadzi się do pełnego podstawienia polichlorku winilidenu, przy czym po zakończeniu reakcji otrzymany chlorowany polichlorek winilidenu odfiltrowuje się z mieszaniny reakcyjnej.