



Opublikowano dnia 26 listopada 1960 r.

CO48 5/06



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43935

Kl. 12 o, 26/03

Politechnika Warszawska*)
(Zakład Technologii Organicznej I)
(Warszawa, Polska)

Sposób wytwarzania seskwichlorku metyloglinowego

Patent trwa od dnia 3 listopada 1959 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób bezciśnieniowego wytwarzania seskwichlorku metyloglinowego z glinu metalicznego i gazowego chlorku metylu.

Znane dotychczas metody otrzymywania seskwichlorku metyloglinowego są bardzo kłopotliwe, gdyż wymagają stosowania szklanej aparatury ciśnieniowej, glinu o całkowicie nie utlenionej powierzchni oraz długiego okresu indukcyjnego, trwającego niekiedy parę dni.

Sposób według wynalazku, polegający na wstępnym chemicznym aktywowaniu glinu i zastosowaniu katalizatora, usuwa wyżej wymienione niedogodności.

Chemiczne aktywowanie glinu sposobem według wynalazku polega na traktowaniu mechanicznie rozdrobnionego glinu seskwihaloidkiem

alkiloglinowym lub jednym ze związków glikoorganicznych o wzorze ogólnym $RAIX_2$, R_2AIX , R_3Al , w którym R oznacza rodnik alkilowy, a X — atom chloru, bromu lub jodu, ewentualnie mieszaniną tych związków. Aktywowanie trwa 12 godzin w temperaturze pokojowej. Jako katalizator reakcji korzystnie jest stosować dwualkilojodoglin lub dwualkilobromoglin, alkildwujodoglin lub alkildwubromoglin ewentualnie ich mieszaniny.

Tak spreparowany wobec katalizatora glin łatwo reaguje z gazowym chlorkiem metylu w temperaturze $80-120^\circ\text{C}$, pod normalnym ciśnieniem. Wydajność seskwichlorku metyloglinowego wynosi $80-90\%$ wydajności teoretycznej, obliczonej w stosunku do ilości użytego glinu metalicznego.

Sposób według wynalazku opisany jest dołącznie w poniższym przykładzie.

Przykład. Do suchej kolby trójszyjnej o pojemności 1,5 l, przepłukanej azotem i zaopa-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. dr Włodzimierz Dahlig, mgr inż. Stanisław Pasynkiewicz i inż. Kazimierz Starowieyski.

trzonej w mieszadło, termometr, powietrzną chłodnicę zwrotną oraz wylot i wylot gazu, wsypano 27 g (1 mol) mechanicznie rozdrobnionego glinu i zalano go 100 g seskwichlorku metyloglinowego. Jako katalizator dodano seskwijodek metyloglinowy w ilości 1% wagowego w stosunku do ilości produktu, jaka może być teoretycznie otrzymana. Po 12 godzinach aktywacji glinu w temperaturze pokojowej rozpoczęto przepuszczanie strumienia suchego, gazowego chlorku metylu. Reakcja zaczęła się natychmiast i temperatura podniosła się do 120°C. Reakcję prowadzono z taką szybkością, aby temperatura utrzymywała się w granicach 60 – 120°C. W tym celu chłodzono w miarę potrzeby kolbę reakcyjną strumieniem powietrza. Gdy pierwsza porcja glinu przereagowała, a ilość ciekłych produktów reakcji znacznie powiększyła się, do kolby reakcyjnej dosypano 81 g (3 mole) rozdrobnionego glinu. Po 12 godzinach przerwano przepuszczanie chlorku metylu, a kolbę reakcyjną ogrzewano jeszcze w ciągu godziny, utrzymując temperaturę w granicach 110 – 120°C.

W wyniku reakcji otrzymano 371 g seskwichlorku metyloglinowego, co stanowi 91% wydajności teoretycznej licząc na wprowadzony glin.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania seskwichlorku metyloglinowego z metalicznego glinu i gazowego chlorku metylu pod normalnym ciśnieniem, znamienny tym, że metaliczny glin aktywuje się wstępnie seskwihaloidkiem alkiloglinowym lub jednym ze związków glinoorganicznych o ogólnym wzorze $RAIX_3$, R_2AlX , R_3Al , w którym R oznacza rodnik alkilowy, a X atom chloru, bromu lub jodu, ewentualnie mieszaniną tych związków, w obecności dwualkilodolub dwualkilobromoglinu, alkilodwujodo- lub alkilodwubromoglinu, ewentualnie mieszaniny tych związków, jako katalizatora.

Politechnika Warszawska
(Zakład Technologii Organicznej I)

Zastępca: mgr inż. Jerzy Hanke
rzecznik patentowy