



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.06.73 (P. 163678)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.75

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1977

MKP B01j 11/12
C08f 1/30

Int. Cl.² B01J 31/12
C08F 4/26

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Florian Pruchnik

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Wrocławski im. Bolesława Bieruta,
Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania katalizatora do polimeryzacji związków chemicznych o podwójnym i potrójnym wiązaniu pomiędzy atomami węgla

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania katalizatora do polimeryzacji związków chemicznych o podwójnym i potrójnym wiązaniu pomiędzy atomami węgla.

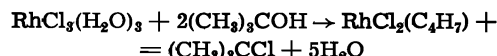
Jako katalizatory w reakcjach polimeryzacji związków chemicznych o podwójnym i potrójnym wiązaniu pomiędzy atomami węgla stosuje się związki metaloorganiczne metali przejściowych a zwłaszcza tytanu, wanadu, chromu, molibdenu, palatynowców żelaza, kobaltu, niklu.

Związki allilowe (III) stosowane jako katalizatory w reakcjach oligomeryzacji i polimeryzacji, a mianowicie $Rh_2Cl_2(C_3H_5)_4$, $Rh_2Br_2(C_3H_5)_2$, $RhCl_2(C_3H_5)$ otrzymywane są w wyniku utleniającego przyłączenia chlorku allilu do dwu μ -chloro-czterokarbonylodwurodu (kompleksy chlorkowe) lub przez wymianę chloru na brom podczas reakcji $Rh_2Cl_2(C_3H_5)_4$ z bromkiem litu. I tak, np. $Rh_2Cl_2(CO)_4$ otrzymuje się w reakcji $RhCl_3 \cdot 3H_2O$ z tlenkiem węgla w temperaturze 373°K.

Sposób według wynalazku polega na przeprowadzeniu w podwyższonej temperaturze reakcji trójkchlorku rod(III) z trzeciorzędowym alkoholem butylowym, w wyniku czego powstaje dwuchloro(2-metyloallilo)rod(III). Sposobem według wynalazku otrzymuje się $RhCl_2(C_4H_7)$ z wydajnością znacznie przewyższającą wydajności związków allilowych rod(III) otrzymywanych znanymi metodami.

2

Reakcja przebiega zgodnie z równaniem:



Wydajność dwuchloro (2-metyloallilo) rod(III) w tej reakcji wynosi 90%. Substratem jest najłatwiej dostępny związek rod(III), $RhCl_3(H_2O)_3$ oraz trzeciorzędowy alkohol butylowy. Szybkość reakcji oraz wydajność produktu zależna jest od temperatury, która korzystnie wynosi 363°K.

Reakcje polimeryzacji prowadzone przy zastosowaniu katalizatora otrzymanego sposobem według wynalazku zachodzą w warunkach łagodnych bez potrzeby stosowania wysokich ciśnień i temperatur. Najłatwiej polimeryzacji ulegają 1,3-dieny. Katalizator jest niewrażliwy na działanie utleniające powietrze.

Przykład I. Sporządza się nasycony roztwór hydratu trójkchlorku rod(III) w trzeciorzędowym alkoholu butylowym i następnie całość ogrzewa się w zamkniętym naczyniu w temperaturze około 363°K w czasie około 4 godzin — w wyniku reakcji uzyskuje się stały katalizator, który przemawia się alkoholem etylowym. Wydajność reakcji wynosi 90%.

Przykład II. Sporządza się nasycony roztwór hydratu trójkchlorku rod(III) w trzeciorzędowym al-

koholu butylowym i następnie pozostawia się w zamkniętym naczyniu na okres 10 dni — w temperaturze pokojowej. W wyniku reakcji uzyskuje się stały katalizator, który przemywa się alkoholem etylowym. Wydajność reakcji wynosi 20%.

Przykład III. Reakcję polimeryzacji przeprowadza się w autoklawie, w którym umieszcza się 0,1 g katalizatora i 50 ml ciekłego butadienu. Następnie autoklaw ogrzewa się przez 5 godzin w temperaturze 373°K,

W wyniku reakcji otrzymuje się 4-winylocykloheksen, 1,5-cyklooktadien, cyklododekatrieny oraz

polimery stałe o wyższej cząsteczkowej. Wydajność reakcji polimeryzacji butadienu wynosi 75%. Dimery i trimery butadienu stanowią 1/3 produktu reakcji polimeryzacji.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania katalizatora do polimeryzacji związków chemicznych o podwójnym i potrójnym wiązaniu pomiędzy atomami węgla, **znamienny tym**, że poddaje się reakcji hydrat tróchlorku rodzaju z trzeciorzędowym alkoholem butylowym w podwyższonej temperaturze.

Errata

Na str. 1, w łamie 2

jest: $\text{RhCl}_3(\text{H}_2\text{O})_3 + 2(\text{CH}_3)_3\text{COH} \rightarrow \text{RhCl}_2(\text{C}_4\text{H}_7) + (\text{CH}_3)_3\text{CCl} + 5\text{H}_2\text{O}$

powinno być: $\text{RhCl}_3(\text{H}_2\text{O})_3 + 2(\text{CH}_3)_3\text{COH} \rightarrow \text{RhCl}_2(\text{C}_4\text{H}_7) + (\text{CH}_3)_3\text{CCl} + 5\text{H}_2\text{O}$