

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

94 892

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 31.12.74 (P. 177004)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 31.07.76

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1977

MKP

C07c 31/20

C08f 7/04

Int. Cl².

C07C 31/20

C08F 112/08

Twórcy wynalazku: Irena Słowikowska, Maria Kosińska

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska,
Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania glikolu polistyrenowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania glikolu polistyrenowego o ogólnym wzorze $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CHR}/n-\text{OH}$, w którym R oznacza rodnik fenylowy, a n liczbę całkowitą 10–50.

Glikol polistyrenowy wykorzystuje się do wytwarzania tworzyw sztucznych, zwłaszcza poliuretanów, poliestrów itp.

Znany sposób otrzymywania glikolu polistyrenowego, na przykład według S.H.Merrill: J.Polymer Sci., 55, 347 (1961) polega na oligomeryzacji styrenu w masie w obecności nadtlenu benzoilu i następnej hydrolizie otrzymanego produktu za pomocą wodorotlenku potasowego. W wyniku tej reakcji powstaje produkt o dużym rozrzucie ciężarów cząsteczkowych, co wpływa niekorzystnie na jego własności użytkowe.

Według wynalazku glikol polistyrenowy otrzymuje się na drodze rodnikowej oligomeryzacji styrenu w rozpuszczalniku organicznym w obecności nadtlenu dwuacylowych, takich jak nadtlenek acetoilu, nadtlenek benzoilu, nadtlenek lauroilu i innych dodawanych w ilości 10–30% wagowych w stosunku do styrenu i następnie hydrolizy grup estrowych w znany sposób. Reakcję prowadzi się w środowisku rozpuszczalników organicznych o małej stałej przenoszenia kinetycznego łańcucha reakcji, jak na przykład w obecności benzenu, toluenu itp. w temperaturze niższej od temperatury dekarboksylacji nadtlenu dwuacylowych i ich pochodnych, korzystnie w temperaturze 60–80°C, zwłaszcza w temperaturze 70°C.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się glikol polistyrenowy o jednorodnych własnościach i dużej zawartości grup hydroksylowych.

Sposób według wynalazku bliżej wyjaśniają załączone rysunki, na których rys. 1 podaje zależność zawartości grup hydroksylowych w glikolu polistyrenowym od temperatury oligomeryzacji, a rys. 2 – zależność średniego ciężaru cząsteczkowego glikolu polistyrenowego od temperatury oligomeryzacji styrenu w benzenie oraz przykład wykonania.

Przykład. 300 g świeżo przedestylowanego styrenu, 80 g nadtlenu benzoilu oraz 700 g benzenu ogrzewa się w reaktorze zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną oraz mieszałko mechaniczne w atmosferze azotu

w temperaturze 70°C w ciągu 18 godzin. Po zakończeniu reakcji i ochłodzeniu zawartości reaktora wlewa się mieszając do 2 l metanolu. Wytrącony oligomer styrenowy odsącza się i suszy. Następnie oligomer styrenowy rozpuszcza się w 1500 ml dioksanu i dodaje 330 ml 14% roztworu KOH w metanolu. Mieszaninę ogrzewa się w temperaturze 50°C w ciągu 8 godzin.

Po hydrolizie odsącza się benzoesan potasu, a z otrzymanego przesącza wytrąca się glikol polistyrenowy za pomocą wody. Glikol polistyrenowy oczyszcza się przez rozpuszczenie w 1 l benzenu i wytrąca wylewając roztwór do 2 l metanolu podczas szybkiego mieszania. Produkt odsącza się i suszy. Otrzymuje się glikol polistyrenowy o zawartości grup hydroksylowych 1,83% i średnim liczbowym ciężarze cząsteczkowym równym 1860.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania glikolu polistyrenowego o ogólnym wzorze $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CHR}/_n-\text{OH}$, w którym R oznacza rodnik fenyłowy, a n liczbę całkowitą 10–50, na drodze oligomeryzacji styrenu i następnej hydrolizy, z n a m i e n n y t y m, że styren poddaje się rodnikowej reakcji oligomeryzacji w rozpuszczalniku organicznym w obecności inicjatora reakcji w ilości 10–30% wagowych w temperaturze 60–80°C, zwłaszcza 70°C i tak otrzymany oligomer polistyrenowy hydrolizuje się do glikolu polistyrenowego w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako inicjator reakcji stosuje się nadtlarki dwuacyłowe, korzystnie nadtlarek acetoilu, lauroilu i benzoilu.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako rozpuszczalnik organiczny stosuje się korzystnie benzen i toluen.

