

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 87 352

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 30.08.74 (P. 173804)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.08.75

Opis patentowy opublikowano: **30.12.1978**

**MKP C07c 43/10
C07d 1/02**

**Int. Cl.² C07C 43/10
C07D 303/04**

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

**Twórcy wynalazku: Miłka Stojanowa—Autoszczyszyn, Jerzy Myszkowski,
Antoni Zbigniew Zieliński, Marian Serkowski**

Uprawniony z patentu : Politechnika Szczecińska, Szczecin (Polska)

Sposób otrzymywania oligomerów z dwuepoksybutanu i glikolu polioksybutylenowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania oligomerów z dwuepoksybutanu i glikolu polioksybutylenowego.

Dotychczas znany jest sposób otrzymywania polimerów z glikolu polioksyetylenowego i dwuepoksybutanu w obecności katalizatora, którym jest wodny roztwór wodorotlenku potasu lub sodu. Mieszanie wprowadza się do naczynia reakcyjnego w atmosferze azotu i utrzymuje w termostacie przez określony czas. Wadą tego sposobu jest lokalne przegrzewanie roztworu, co nie pozwala na prawidłową wymianę masy reakcyjnej niezbędną w tego rodzaju reakcjach. Obecność wody w środowisku reakcji stwarza możliwość powstania produktów ubocznych o niskim ciężarze cząsteczkowym.

Celem wynalazku jest usunięcie powyższych niedogodności przez zastosowanie nowego sposobu prowadzenia syntezy.

Sposób prowadzenia syntezy oligomerów z glikolu polioksybutylenowego i dwuepoksybutanu według wynalazku polega na tym, że dwuepoksybutan wprowadza się w sposób ciągły przez cały czas reakcji pod powierzchnię cieczy reakcyjnej w temperaturze 100–150°C, korzystnie do 120°C. Jednocześnie stosuje się inicjator syntezy, jakim jest glikol polioksybutylenowy o ciężarze cząsteczkowym 500–2000, mineralizowany zawierający katalizator alkaliczny w postaci glikolanów, używany do jego syntezy.

Zaletą wynalazku jest to, że przez ciągłe mieszanie i stopniowe wprowadzanie substratu, jakim jest dwuepoksybutan, uzyskuje się wyrównanie temperatury mieszaniny reakcyjnej, unika się lokalnych przegrzewań oraz osiąga się lepszą wymianę masy. Środowisko bezwodne ogranicza wydajności produktów ubocznych.

Przedmiot wynalazku przedstawiono na poniższym przykładzie wykonania.

P r z y k ł a d. Przed rozpoczęciem syntezy aparaturę przedmuchiwa się w ciągu godziny suchym azotem w celu wysuszenia i usunięcia z niej tlenu. Następnie wlewa się do reaktora inicjator w postaci glikolu polioksybutylenowego z zawartym w nim katalizatorem, który jest związany w poliglikolu jako glikolan. Reaktor wraz z zawartością ogrzewa się do około 120°C. Po ustaleniu się temperatury rozpoczyna się dozowanie dwuepoksybutanu pod powierzchnię cieczy reakcyjnej. Reakcja przebiega w atmosferze azotu, który wprowadza

się przez chłodnicę wodną, zabezpieczając w ten sposób aparaturę przed dostępem tlenu i wilgoci z atmosfery. Syntezę uważa się za ukończoną po wprowadzeniu całkowitej ilości dwuepoksybutanu, potrzebnego do uzyskania założonego stosunku molowego. Po ostudzeniu produkt poddaje się demineralizacji na kationicie (stosowano Dowex 50x8), a następnie osuszeniu w temperaturze 90°C. Syntezy prowadzono z glikolem polioksybutylenowym 1000.

Przy zastosowaniu stosunku molowego (1:0,5) glikolu polioksybutylenowego do dwuepoksybutanu otrzymano produkt o konsystencji ciekłej. Przy zmianie stosunku molowego uzyskiwano produkty od ciekłych poprzez galaretowate do ciała stałego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania oligomerów z dwuepoksybutanu i glikolu polioksybutylenowego w obecności katalizatora alkalicznego, z n a m i e n n y t y m, że dwuepoksybutan wprowadza się pod powierzchnię cieczy reakcyjnej, którą poddaje się mieszaniu i ogrzewaniu do temperatury 100–150°C, korzystnie do 120°C, przy czym w charakterze inicjatora stosuje się glikol polioksybutylenowy mineralizowany o ciężarze cząsteczkowym 500–2000, zawierający katalizator alkaliczny w postaci glikolanów.