

URZĄD PATENTOWY



C 076 47/18

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 22400.

Kl. 12 o, 7/02.

The Distillers Company Limited
(Edinburgh, Wielka Brytania),
John Vargas Eyre
(Epsom, Surrey, Wielka Brytania)
i Herbert Langwell
(Epsom, Surrey, Wielka Brytania).

Sposób wytwarzania produktów polimeryzacji aldolów.

Zgłoszono 26 marca 1934 r.

Udzielono 20 listopada 1935 r.

Pierwszeństwo: 1 kwietnia 1933 r. dla zastrz. 1—4; 8 lutego 1934 r. dla zastrz. 5, 6 (Wielka Brytania).

Wynalazek niniejszy dotyczy wytwarzania produktów polimeryzacji aldolów.

Przy wytwarzaniu produktów kondensacji aldolowej z zastosowaniem alkaliów, jako katalizatora, otrzymuje się zwykle żywice nierozpuszczalne. W patencie Nr 22045 opisany jest sposób otrzymywania takich produktów z aldolu z dużą wydajnością.

Obecnie stwierdzono, że przy odpowiednim uregulowaniu warunków podczas reakcji można aldole polimeryzować bez jednoczesnej znaczniejszej kondensacji. Otrzymane produkty mają przeważnie ten sam

skład, co aldol, lecz większy ciężar cząsteczkowy, to znaczy, że są one polimerami.

Sposób wytwarzania tych polimerów różni się od sposobu wytwarzania produktów typu żywic tym, że niezbędne jest ściślejsze regulowanie zasadowości masy reakcyjnej.

Stosowanie wodnego rozcieńczonego roztworu aldolu daje korzyść z tego względu, że ogranicza zmiany zasadowości do wąskiego zakresu, lecz z technicznego punktu widzenia korzystne jest ograniczanie do minimum ilości wody, użytej w mieszaninie reakcyjnej. Naprzykład ilość wo-

dy może być równa ilości użytego aldolu, czasami może nie dosięgać tej ilości, czasami wreszcie może przewyższać kilkakrotnie tę ilość.

Wykryto, że stosunkowo nierozpuszczalne zasady, jak $\text{Ca}(\text{OH})_2$ oraz $\text{Mg}(\text{OH})_2$, są odpowiednie do celów wynalazku niniejszego, ponieważ łatwo je odpowiednio zobojętnić i usunąć, osądziwszy, że reakcja posunęła się dość daleko. Można jednak stosować alkalia takie, jak wodorotlenki i węglany sodu i potasu, bacząc tylko, aby zapewnić właściwy stopień zasadowości podczas okresu reakcyjnego. Wskutek tego też stosowanie substancji o działaniu buforowym jest zawsze pożądane, zwłaszcza substancji, łatwo dających się usunąć z ostatecznej mieszaniny reakcyjnej, np. soli wapnia, magnezu.

Szybkość reakcji można regulować, regulując temperaturę, w której ona zachodzi; przy użyciu np. stosunkowo mocnej zasady rozpuszczalnej, jak wodorotlenku wapnia, można zalecić temperaturę w przybliżeniu około 20°C , natomiast przy użyciu stosunkowo nierozpuszczalnej zasady, jak wodorotlenku magnezu, może się okazać konieczna temperatura 70°C , aby uzyskać podobny czas reakcji.

Następujące przykłady ilustrują szczegółowo sposób wykonywania wynalazku i otrzymywane wyniki.

Przykład I. Zmieszano 2,5 litra technicznego aldolu, 2,5 l wody i 250 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ i do mieszaniny dodano powoli, mieszając 70 g wodorotlenku sodowego, rozpuszczonego w 150 cm^3 wody.

Po zmieszaniu całości ogrzewano ją w temperaturze $50^\circ \div 60^\circ\text{C}$ w ciągu 9 godz. Użyty aldol zawierał rodnik karbonylowy (CO) w ilości 39,0%. Po 9-ciogodzinnym ogrzewaniu w temperaturze $50^\circ \div 60^\circ\text{C}$ ilość rodnika karbonylowego mieszaniny spadła do 12,7% w stosunku do użytego aldolu.

Otrzymany roztwór po zobojętnieniu

np. kwasem węglowym i przesączeniu był przezroczysty i słabo żółty, zawierał on zaledwie małe ilości żywicy aldehydowej, usuwalne przez ekstrakcję chloroformem, przyczem pozostaje przeważnie produkt bezbarwny, jak woda, rozpuszczalny w wodzie i mający przeważnie skład procentowy samego aldolu.

Przykład II. Do 8 litrów 10%-owego roztworu aldolu w wodzie dodano stopniowo 80 g wodorotlenku wapnia $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Mieszaninę tę utrzymywano w temperaturze 20°C i mieszano w ciągu 70 minut. Następnie masę reakcyjną zobojętniono, przepuszczając przez nią szybko dwutlenek węgla, a potem przesączono.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania produktów polimeryzacji aldolów przy użyciu zasady, jako katalizatora, znamienny tem, że aby uniknąć powstawania produktów kondensacji, stosuje się zasadę albo stosunkowo nierozpuszczalną, jak wodorotlenek wapnia lub tlenek magnezu, albo stosunkowo rozpuszczalną, jak wodorotlenek lub węglan sodu albo potasu, zbuforowaną zapomocą dodatku soli wapniowca lub magnezu, użytego w ilości, dostatecznej do nadania nierozpuszczalności zasadzie, przyczem stosuje się taką ilość wody, jaka waha się w granicach od niewiele mniejszej od ilości użytego aldolu do ilości, przewyższającej ją kilkakrotnie.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że w przypadku mocnej zasady utrzymuje się temperaturę reakcji w przybliżeniu 20°C , przy użyciu zaś słabej zasady ogrzewa się do temperatury około 70°C .

3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tem, że jako zasadę stosuje się wodorotlenek magnezu.

4. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tem, że jako zasadę stosuje się wodorotlenek wapnia.

5. Sposób wytwarzania z acetaldołu jego produktu polimeryzacji, zasadniczo wolnego od żywicowatych produktów kondensacji, według zastrz. 2, znamienny tem, że 2,5 l aldolu miesza się z 2,5 l wody i 250 g chlorku magnezu $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, do tego dodaje się powoli roztwór 70 g wodorotlenku sodowego w 150 cm³ wody, ogrzewa w ciągu 9 godzin w temperaturze 50° ÷ 60°C, zubożętnia i usuwa produkt kondensacji.

6. Sposób wytwarzania z acetaldołu produktu polimeryzacji, zasadniczo wolnego od żywicowatych produktów kondensa-

cji, według zastrz. 3, znamienny tem, że 80 g wodorotlenku wapnia dodaje się stopniowo do 80 litrów wodnego 10%-owego roztworu aldolu, miesza się i utrzymuje temperaturę około 20°C w ciągu około 70 minut, zubożętnia się i wyosobnia produkt polimeryzacji.

The Distillers
Company Limited.
John Vargas Eyre.
Herbert Langwell.
Zastępca: K. Czempiński,
rzecznik patentowy.