

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55060

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.VI.1966 (P 115 282)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.V.1968

Kl. ~~22-1-1/01~~MKP ~~C 09-1~~

UKD

120, 2/01

C07d, 1/00

Twórca wynalazku: dr inż. Ryszard Tadeusz Sikorski

Właściciel patentu: Politechnika Wrocławska (Katedra Technologii Two-
rzyw Sztucznych), Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania estru chlorowanej kalafonii

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania estru glicydowego chlorowanej kalafonii, który jest związkiem dotychczas nieznanym.

Dotychczas znane są ze swych cennych własności żywice epoksydowe oraz chlorowana kalafonia. Każdy z tych związków posiada wady. Żywice epoksydowe niezawierające chlorowca są palne, zawierające chlorowiec żywice epoksydowe trzymywane są stosunkowo skomplikowanymi drogami, a chlorowana kalafonia nie ulega przestrzennemu usieciowaniu i wymaga dodatków stabilizatorów, zmniejszających ruchliwość chloru. Chemiczne połączenie ze sobą chlorowanej kalafonii i związków zawierających układy epoksydowe, umożliwia otrzymanie produktu łączącego dodatnie cechy obydwu wspomnianych grup związków wyjściowych.

W sposobie według wynalazku poddaje się reakcji sól, na przykład sodową, chlorowanej kalafonii z innym związkiem, zawierającym ruchliwy chlorowiec i ugrupowania epoksydowe, w wyniku czego powstaje cząsteczka estru chlorowanej kalafonii ze związkiem epoksydowym. Produktem ubocznym reakcji jest chlorek sodu. Reakcję tę prowadzi się przez ogrzewanie roztworu soli chlorowanej kalafonii ze związkiem epoksydowym, aż do zaprzestania wydzielania się chlorku sodu.

Powstałą mieszaninę poreakcyjną rozdziela się w stosunkowo łatwy sposób, gdyż chlorek sodu, jako nierozpuszczalny w środowisku reakcji, od-

2

dziela się przez dekantację, a produkt główny procesu wydziela się z roztworu jednym ze znanych sposobów, na przykład przez oddestylowanie nadmiaru związku chlorowcoepoksydowego.

5 Zaletą tak otrzymanego estru chlorowanej kalafonii jest to, że dzięki zawartości chloru jest niepalny i odporny na działanie czynników agresywnych i atmosferycznych, również w klimacie tropikalnym, a dzięki obecności w nim grupy epoksydowej, jest on przyczepny do różnego rodzaju podłoża, wykazuje działanie stabilizujące chlorowiec w cząsteczce oraz umożliwia dokonanie przestrzennego usieciowania wyrobu, otrzymanego z takiego polimeru.

15 W charakterze składowej chlorowco-epoksydowej używa się epichlorohydryny gliceryny, 1, chloro-3, 4-epoksy-butanu, chloro-epoksy-oktadekanu i 1,2-epoksy-chloro-cyklopentanu. W przypadku nietłonych chlorowcopochodnych epoksydowych, jak na przykład chloro-epoksyoktadekanu, reakcję prowadzi się bez nadmiaru pochodnej epoksydowej, jak to ma miejsce w przypadku epichlorohydryny gliceryny i jej podobnych związków chlorowco-epoksydowych, natomiast w roztworze rozpuszczalnika organicznego, jak np. toluenu.

25 Wynalazek zostanie bliżej objaśniony na przykładach otrzymania estru glicydowego chlorowanej kalafonii oraz estru epoksyoktadekanowego chlorowanej kalafonii.

3

Przykład I. 100 części wagowych soli sodowej chlorowanej kalafonii ogrzewa się w kolbie okrągłodennej do temperatury 80°C. Następnie przez chłodnicę zwrotną wlewa się do kolby 100 części wagowych epichlorohydryny gliceryny i ogrzewa mieszaninę przy ciągłym mieszaniu przez 2 godziny w temperaturze 120°C aż do zaprzestania wydzielania się chlorku sodu. Następnie oddziela się go przez dekantację przełącza chłodnicę zwrotną na destylacyjną i pod ciśnieniem około 40 mm Hg oddestylowuje się nadmiar nieprzereagowanej epichlorohydryny gliceryny, ogrzewając mieszaninę do 80°C. W rezultacie otrzymuje się około 120 części wagowych estru glicydowego chlorowanej kalafonii, który jest ciałem stałym o temperaturze mięknięcia około 80°C.

Przykład II. 100 części wagowych soli sodowej chlorowanej kalafonii rozpuszcza się w kolbie okrągłodennej w 100 częściach wagowych toluenu i przy ciągłym mieszaniu ogrzewa pod chłodnicą zwrotną do temperatury około 80°C. Wtedy do kolby dodaje się 50 g chloro-epoksyoaktadekanu i ogrzewa mieszaninę przez 4 godziny w tempera-

4

turze około 120°C, aż do zaprzestania wydzielania się chlorku sodu, który wypada w postaci nierozpuszczalnego w środowisku reakcji osadu.

Następnie przerywa się mieszanie i zawartość kolby pozostawia w spokoju do opadnięcia osadów. Osad ten oddziela się przez dekantację od roztworu produktu końcowego. Następnie z roztworu produktu oddestylowuje się pod ciśnieniem 40 mm Hg toluen, ogrzewając mieszaninę do temperatury 80°C. W rezultacie otrzymuje się 135 części wagowych estru epoksyoaktadekanowego chlorowanej kalafonii, który jest gęstą masą, krzepnącą w temperaturze około -10°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania estru chlorowanej kalafonii, **znamienny tym**, że sól chlorowanej kalafonii poddaje się reakcji ze związkiem, zawierającym ruchliwy chlorowiec i grupy epoksydowe, zwłaszcza z epichlorohydryną gliceryny, w celu otrzymania estru chlorowanej kalafonii ze związkiem zawierającym grupy epoksydowe.