



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 06.I.1964 (P 103 406)

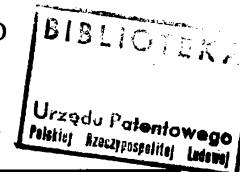
Pierwszeństwo:

Opublikowano: 19.III.1966

Kl. 12 o, 10

MKP C 07 c 49/04

UKD



Współtwórcy wynalazku: Theodor Waag, dr Willy Köhler

Właściciel patentu: VEB Farbenfabrik Wolfen, Wolfen (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób wytwarzania produktów kondensacji acetonu z formaldehydem

1

Znana jest kondensacja acetonu z formaldehydem, w wyniku której powstają bardzo różnorodne produkty w zależności od warunków, w jakich prowadzi się reakcję. Pierwszym związkiem z szeregu produktów kondensacji jest monometyloacetone, który powstaje, jeżeli na przykład prowadzi się kondensację z nadmiarem acetonu w obecności węglanu potasu (niemiecki opis patentowy Nr 223 207).

Związek metylolowy powstaje, jeżeli prowadzi się kondensację z równoważnikowymi ilościami substratów reakcji w temperaturach poniżej 60°C i przy wartości pH powyżej 10 (niemiecki opis patentowy Nr 544 887) lub pod ciśnieniem bez katalizatora w temperaturach do 200°C (niemiecki opis patentowy Nr 575 949). W wyniku kondensacji prowadzonej w obecności dużej ilości wapna, otrzymuje się rogowate tworzywa, najczęściej silnie zabarwione. W warunkach umiarkowanych można było otrzymać przy tym związek anhydroenneaheptyt z nieznaczną wydajnością (B. 27, strona 1089).

Wiadomo, że aceton sam przekształca się pod wpływem alkaliów jako katalizatorów tworząc różnorodne produkty polimeryzacji lub kondensacji. Powoduje to pogorszenie jakości i wydajności związków metylolowych.

Stwierdzono, że można otrzymać produkty kondensacji acetonu z formaldehydem, zawierające od 1—4 grup metylolowych na mol, o dużej czy-

2

stości i prawie teoretycznej wydajności, jeżeli prowadzi się kondensację w dwóch fazach. W pierwszej fazie przeprowadza się kondensację przy pH 8—9 i w temperaturze 0—20°C. W drugiej fazie doprowadza się kondensację do końca ustalając pH na 10—12 przez dalszy dodatek alkalizującego katalizatora i utrzymując temperaturę powyżej 60°C. W zależności od żądanej liczby grup metylolowych na mol przeprowadza się kondensację w odpowiednim stosunku równoważnikowym.

Otrzymane związki nadają się jako środki ochronne przed starzeniem gumy i dla tworzyw sztucznych. Istnieją dalsze możliwości zastosowania ich w przemyśle papierniczym, włókienniczym i skórzanym.

Przykład I. Mieszaninę 800 g 30%-ego roztworu formaldehydu i 116 g acetonu nastawia się podczas mieszania i oziębiania za pomocą 5 g wapna gaszonego na wartość pH=8,5. W temperaturze 10—20°C miesza się następnie w ciągu 5 godzin, po czym nastawia się na pH=11 za pomocą około 30 g wapna. W tym momencie przestaje się chłodzić, w wyniku czego temperatura podnosi się w ciągu 1—2 godzin do 70—75°C, po czym napowrót opada. Roztwór miesza się jeszcze w ciągu 1 godziny, zobojętnia kwasem siarkowym, studzi i sączy. W dalszej kolejności oddestylowuje się wodę w próżni. Otrzymuje się bezbarwną lepka-

pozostałość zawierającą 3,7—3,8 grup metylolowych na mol. Wydajność: 330—350 g.

Przykład II. 400 g 30%-ego roztworu formaldehydu miesza się z 116 g acetonu. Wartość pH nastawia się na 8,5 rozcieńczonym wodorotlenkiem sodowym podczas mieszania i ochładzania. Roztwór miesza się przez 5 godzin w temperaturze 10—20° C, po czym przestaje się studzić i nastawia się pH na wartość 12 przez dalszy dodatek roztworu NaOH. Temperatura wzrasta w ciągu 1 godziny do 60°—70° C, po czym napowrót opada. Roztwór miesza się jeszcze przez godzinę, studzi i pozbawia alkaliów za pomocą wymiennicza jonowego. Po oddestylowaniu wody w próżni otrzymuje się słabo lepka, bezbarwną pozostałość, za-

wierającą 1,9—2,1 grup metylolowych na mol. Wydajność: 220—230 g.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania produktów kondensacji acetonu z formaldehydem, o określonej liczbie grup metylolowych na mol, **znamienny tym**, że kondensację równoważnikowych ilości substratów prowadzi się w dwóch etapach, przy czym w pierwszym etapie reakcję prowadzi się przy wartości pH=8—9 i w niskich temperaturach, korzystnie 0° do 20° C, a w drugim etapie reakcję prowadzi się przy wartości pH=10—12 i w podwyższonej temperaturze, korzystnie powyżej 60° C.