



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 16 03 81
(21) (PV 1887-81)

(40) Zveřejněno 25 06 82

(45) Vydáno 15 02 85

218366
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 08 F 16/34

(75)
Autor vynálezu KAHOVEC JAROSLAV ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby aldehydových derivátů lineárních i zesíťovaných polymerů nebo kopolymerů styrenu

1

2

Vynález se týká způsobu výroby aldehydových derivátů lineárních i zesíťovaných polymerů nebo kopolymerů styrenu, při kterém se na chlormethylderivát lineárního nebo zesíťovaného polymeru či kopolymeru styrenu působí hexamethylentetraminem v přítomnosti chlorovaného rozpouštědla při teplotě 60 až 100 °C, vzniklý produkt se zahřívá nejprve s hydroxylovým rozpouštědlem, potom po přidavku koncentrované kyseliny chlorovodíkové na teplotu 80 °C až varu.

Vynález se týká způsobu výroby aldehydových derivátů lineárních i zesíťovaných polymerů a kopolymerů styrenu.

Aldehydy patří mezi nejrozšířenější výchozí látky v organické syntéze. Uplatnění poly(vinylbenzaldehydu) jako výchozí látky při přípravě funkcionalizovaných polystyrenů však dosud neodpovídá možnostem, které nabízí reaktivní aldehydová skupina. Příčinou mohou být ne zcela uspokojivé metody jeho přípravy.

V literatuře jsou popsány v podstatě jen tři způsoby přípravy poly(vinylbenzaldehydu): polymerizace monomeru, reakce polystyryllithia s dimethylformamidem a oxidace poly(vinylbenzylchloridu) dimethylsulfoxidem. Žádný z těchto způsobů není bez nedostatků. Příprava z monomeru je zdoluhavá, příprava lithiovaného polystyrenu je obtížná a vyžaduje speciální techniku. Často používaná oxidace dimethylsulfoxidem nemá hladký průběh a může vést k nehomogennímu produktu. Kromě toho, i nepatrná množství vody v reakční směsi způsobují hydrolýzu chlormethylových skupin neobyčejně usnadněnou prostředím dimethylsulfoxidu; důsledkem je nehomogenní produkt. V neposlední řadě, při této přípravě vzniká nepříjemně zapáchající dimethylsulfid.

Podstata způsobu výroby aldehydových derivátů lineárních i zesíťovaných polymerů a kopolymerů styrenu podle vynálezu spočívá v tom, že se na chlormethylderivát lineárního nebo zesíťovaného polymeru či kopolymeru styrenu působí hexamethylentetraminem v přítomnosti chlorovaného rozpouštědla při teplotě 60 — 100 °C a vzniklý produkt se zahřívá nejdříve s hydroxylovým rozpouštědlem a potom po přidavku koncentrované kyseliny chlorovodíkové na teplotu 80 °C až varu.

Z chlorovaných rozpouštědel jsou nejvý-

hodnější chloroform a chlorbenzen. Jako hydroxylové rozpouštědlo je vhodná bezvodá, případně vodná kyselina octová nebo ethanol.

Předmětem vynálezu je tedy příprava aldehydových derivátů polymerů nebo kopolymerů styrenu reakcí chlormethylovaných polymerů či kopolymerů styrenu s hexamethylentetraminem s následným rozkladem vzniklé poly(hexamethylentetraminové soli). Způsobem podle vynálezu lze připravit rozpustné lineární polymery a kopolymery styrenu nesoucí aldehydové skupiny i aldehydové deriváty zesíťovaných polystyrenů, například kopolymeru styren-divinylbenzen. Přitom lze užít jak gelových, tak makropórních kopolymerů. Zvláště výhodná je výroba zesíťovaných aldehydových derivátů podle vynálezu, neboť lze vycházet ze snadno dostupného chlormethylovaného kopolymeru styren-divinylbenzen.

Příklad 1

Směs 10 g chlormethylovaného kopolymeru styren-divinylbenzen (1%) o obsahu chloru 0,78 mmolu Cl/g, nabitného v 200 ml chloroformu, a roztoku 20 g hexamethylentetraminu v 150 ml chloroformu byla zahřívána k varu po dobu 24 hodin. Polymer byl odsát, promyt horkým chloroformem a po vysušení byl povařen s 500 ml ledové kyseliny octové k varu po dobu 11 hodin. Potom bylo k reakční směsi přidáno 200 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové a zahříváno k varu ještě 2 hodiny. Polymer byl dále odfiltrován, promyt kyselinou octovou, ethanol, vodou a sušen.

Infračervená spektra potvrzují přítomnost aldehydových skupin v produktu. Obsah aldehydů je vyšší než 0,7 mmolu/g (stanoveno oximací).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby aldehydových derivátů lineárních i zesíťovaných polymerů nebo kopolymerů styrenu vyznačený tím, že se na chlormethylderivát lineárního nebo zesíťovaného polymeru či kopolymeru styrenu působí hexamethylentetraminem v přítomnosti chlorovaného rozpouštědla při teplotě 60 až 100 °C a vzniklý produkt se zahřívá nejdříve s hydroxylovým rozpouštědlem a potom po přidavku koncentrované kyseliny chlorovodíkové na teplotu 80 °C až varu.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že chlorovaným rozpouštědlem je chloroform.

3. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že chlorovaným rozpouštědlem je chlorbenzen.

4. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že hydroxylovým rozpouštědlem je bezvodá kyselina octová.

5. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že hydroxylovým rozpouštědlem je vodná kyselina octová.

6. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že hydroxylovým rozpouštědlem je ethanol.