



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 12o,26/01

Zgłoszono: 07.11.1972 (P. 158 719)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07f 9/08

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 25.08.1975

Twórcy wynalazku: Mieczysław Bukała, Jerzy Arct, Marian Dul,
Teresa Frańczak, Aleksy Pasternak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania fosforanów aryloalkilowych

1

Przedmiotem wynalazku jest nowy sposób otrzymywania fosforanów aryloalkilowych.

Dotychczas fosforany aryloalkilowe otrzymywano na drodze bezpośredniej estryfikacji chloroarylofosforanów alkoholami alifatycznymi w obecności czynników wiążących chlorowodór w środowisku rozpuszczalników organicznych.

Zasadniczą niedogodnością techniczną tego znanego sposobu otrzymywania fosforanów aryloalkilowych jest konieczność stosowania rozpuszczalników organicznych i czynników wiążących chlorowodór, oraz konieczność stosowania dodatkowej operacji usuwania adduktu chlorowodoru ze środowiska reakcji, przy czym otrzymuje się produkt końcowy będący mieszaniną różnie zestryfikowanych fosforanów aryloalkilowych.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie tych niedogodności, zaś zagadnieniem technicznym jest opracowanie sposobu umożliwiającego osiągnięcie tego celu.

Zagadnienie to zostało rozwiązane przez prowadzenie sposobu otrzymywania fosforanów aryloalkilowych na drodze transestryfikacji polegającej na reakcji fosforanu trójarylowego z alkoholem alifatycznym zawierającym 6—12 atomów węgla w cząsteczce w obecności potasu lub sodu w temperaturze 20—200°C przez 1—10 godzin, przy czym substraty stosuje się w stosunku 100 części wagowych fosforanu trójarylowego na 40—200 części wagowych alkoholu i na 0,25—12 części wagowych sodu

2

lub potasu, a otrzymany produkt oczyszcza się następnie w znany sposób.

Zasadniczą korzyścią techniczną wynikającą ze stosowania sposobu otrzymywania według wynalazku jest otrzymywanie produktu końcowego o 5 większej czystości przy równoczesnym wyeliminowaniu konieczności stosowania rozpuszczalników organicznych i środków wiążących chlorowodór.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w 10 przykładzie wykonania.

Przykład. W czteroszylnej kolbie okrągłodennej o pojemności 750 ml, zaopatrzonej w mieszadło, termometr i chłodnicę, umieszcza się 15 163 g fosforanu trójarylowego, a następnie wkrapla się ze stałą szybkością w ciągu 4 godzin 71,6 g 2-etyloheksanolu zawierającego 1,15 g sodu jako katalizatora, po czym mieszaninę reakcyjną ogrzewa się do temperatury 70°C przy energicznym mieszaniu. 20 Otrzymany produkt przemywa się dwukrotnie wodą i poddaje destylacji próżniowej z przegrzaną parą wodną pod zmniejszonym ciśnieniem 35 mm Hg i w temperaturze 60°C aż do całkowitego oddestylowania fenolu i alkoholu. Otrzymuje się 178 g produktu bezbarwnego o następujących właściwościach, a mianowicie temperatura zapłonu 220°C, współczynnik załamania światła $n_D^{20} = 1,5060$, ciężar 25 właściwy $d_4^{20} = 1,076$, zawartość fosforu 8,5%, zawartość chloru 0%.

3

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania fosforanów aryloalkilowych, **znamienny tym**, że fosforan trójaryłowy poddaje się reakcji transestryfikacji z alkoholem alifatycznym zawierającym 6—12 atomów węgla w cząsteczce, w obecności potasu lub sodu w tem-

4

peraturze 20—200°C przez 1—10 godzin, po czym otrzymany produkt oczyszcza się w znany sposób, przy czym reagenty stosuje się w stosunku 100 części wagowych fosforanu na 40—200 części wagowych alkoholu alifatycznego i na 0,25—12 części wagowych potasu lub sodu.

5