



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

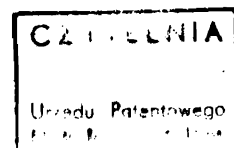
Int. Cl.³ C07B 15/00
//C08L 63/00

Zgłoszono: 03.01.81 (P. 229127)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 13.11.81

Opis patentowy opublikowano: 31.03.1984



Twórca wynalazku: Tadeusz Matynia

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej,
Lublin (Polska)

Sposób wytwarzania adduktu Dielsa-Aldera

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania adduktu Dielsa-Aldera węglowodorów terpenowych z bezwodnikiem maleinowym w obecności katalizatora.

Addukty dienowe węglowodorów terpenowych z bezwodnikiem maleinowym wytwarza się w znany sposób, polegający na ogrzewaniu wymienionych produktów w obecności katalizatora kwasowego lub substancji powodującej powstanie kwasu w warunkach reakcji, co znane jest między innymi z opisu patentowego PRL nr 93 044. Jako katalizatorów w znanych sposobach używa się najczęściej kwasu fosforowego. Wytworzony w obecności wymienionych katalizatorów addukt ma postać cieczy, którą należy destylować pod zmniejszonym ciśnieniem w celu pozbycia się substancji nieorganicznych, co pociąga za sobą duże straty ze względu na zwęglanie się adduktu w omawianym procesie, co znane jest z opisu patentowego PRL nr 110 853. Ponadto stosowanie omawianych adduktów w przetwórstwie tworzyw sztucznych wymaga uprzedniej modyfikacji związkami zawierającymi grupy hydroksylowe.

Obecnie stwierdzono, że addukt węglowodorów terpenowych z bezwodnikiem maleinowym, charakteryzujący się jasną barwą i nie wymagający stosowania tak niewygodnego procesu jakim jest destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem oraz modyfikacji związkami zawierającymi grupy hydroksylowe, można otrzymać stosując jako katalizator kwas sylicylowy.

Według wynalazku, proces addycji prowadzi się w temperaturze 120–180°C, przy użyciu 2–20 g katalizatora na 100 g adduktu oraz przy nadmiarze molowym węglowodorów terpenowych zawartych w terpentynie w stosunku do bezwodnika kwasu maleinowego wynoszącym 1–15%.

Proces według wynalazku polega na dozowaniu węglowodorów terpenowych zawartych w terpentynie siarczanowej, ekstrakcyjnej i/lub balsamicznej do ogrzanego do temperatury 130–150°C bezwodnika maleinowego, zawierającego katalizator, w takim tempie, aby temperatura mieszaniny utrzymywała się w granicach 140–180°C. Po zakończeniu reakcji mieszaninę reakcyjną utrzymuje się jeszcze w temperaturze około 180°C do całkowitego przereagowania składników, co trwa około 2 godziny, po czym nieprzereagowaną terpentynę usuwa się przez oddestylowanie pod zmniejszonym ciśnieniem.

W wyniku przeprowadzenia addycji sposobem według wynalazku, otrzymuje się addukt o jasnej barwie, lepkości od 0,36 Pa s w 90°C i liczbie kwasowej 424 mg KOH na 1 g adduktu. Produkt ten dzięki podanym właściwościom nadaje się do stosowania w przetwórstwie tworzyw sztucznych.

Przykład. Do kolby zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne, chłodnicę zwrotną i termometr dodano 150 g bezwodnika maleinowego i 22,5 g kwasu salicylowego. Kolbę ogrzano do temperatury 150°C i wkraplano 260 g terpentyny balsamicznej. W miarę przebiegu egzotermicznej reakcji, temperatura mieszaniny podniosła się do 180°C. Po wkropleniu całej ilości terpentyny, mieszaninę reakcyjną utrzymywano jeszcze w podanej wyżej temperaturze przez okres dwóch godzin, celem całkowitego przereagowania produktów. Na koniec oddestylowano część nieprzereagowaną. Uzyskano 590 g produktu o jasnej barwie, liczbie kwasowej 400 mg KOH na 1 g i lepkości 2,67 Pa s w 70°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania adduktu Dielsa-Aldera węglowodorów terpenowych z bezwodnikiem maleinowym w obecności katalizatora, **znamienny tym**, że jako katalizator stosuje się kwas salicylowy w ilości 2 do 20 g na 100 g adduktu, przy czym proces addycji prowadzi się przy niewielkim nadmiarze węglowodorów terpenowych, wynoszącym 1–15% w stosunku do bezwodnika.