

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

58819

Patent dodatkowy
do patentu: _____

Zgłoszono: 17. VI. 1966 (P 115 177)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10. XII. 1969

Kl. 39 ^{6⁵, 17/13}

MKP C 08 g ,

UKD ^{17/13}

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Jan Borkowski, inż. Stanisław Ma-
czeński

Właściciel patentu: Instytut Tworzyw Sztucznych, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania poliestrów kwasu węglowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania poliestrów kwasu węglowego z aromatycznych związków dwuwodorotlenowych i z estrów kwasu węglowego.

Znana jest metoda otrzymywania poliestrów kwasu węglowego, zwanych poliwęglanami, polegająca na wymianie estrowej między estrami kwasu węglowego, a aromatycznymi związkami dwuhydroksylowymi. Wiadomym jest, że reakcję tę przyspieszają takie katalizatory jak na przykład tlenki metali alkalicznych, ich sole słabych kwasów organicznych, oraz tlenki metali ciężkich i ich sole słabych kwasów. Znane jest zastosowanie w tym celu tlenku cynku, tlenku ołowiu, tlenku antymonu, octanu manganawego i innych. Wadą wymienionych katalizatorów jest to, że po zakończeniu procesu syntezy pozostają one w produkcie końcowym powodując jego destrukcję, sieciowanie lub zmiany właściwości przetwórczych produktu.

Stwierdzono, że dogodnymi katalizatorami procesu wymiany estrowej estrów kwasu węglowego dwuhydroksylowymi związkami organicznymi są: arylosilany, alkiloarylosilany, alkiloalkoksylsilany, aryloalkoksylsilany, aryloalkiloalkoksylsilany. Katalizatory stosuje się pojedynczo lub w mieszaninie w ilości do 1% w stosunku do związku dwuhydroksylowego.

W przypadku stosowania mieszanin korzystnym jest użycie arylosilanów lub aryloalkilosilanów z aryloalkoksylsilanami lub aryloalkiloalkoksyla-

2

nami np. czterofenylosilan z dwufenylaoetyloetoksy-silanem lub trójfenylaoetylosilan z trójfenylaoetoksy-silanem. Wymienione związki krzemio-organiczne nie tylko katalizują proces dając nieusieczowany polimer, ale stabilizują końcowy produkt, poprawiając jego właściwości przetwórcze, a ponadto nie powodują jego zabarwienia i zmętnienia, które niekorzystnie występują przy stosowaniu niektórych znanych katalizatorów.

Jako surowce stosuje się estry kwasu węglowego na przykład węglan dwufenylowy i aromatyczne związki dwuwodorotlenowe lub ich addukty z fenolem.

Przykład I. 228 g 4,4'-dwuhydroksydwufenylpropanu, 235 g węglanu dwufenylowego oraz 0,2 g czterofenylosilanu stapia się przy mieszaniu w atmosferze gazu obojętnego w temperaturze 110—130°C, a następnie w temperaturze 180—210°C oddestylowuje się fenol pod próżnią 50—70 mm Hg w ciągu 1 godziny. Następnie temperaturę podnosi się do 280°C i pod próżnią poniżej 1 mm Hg oddestylowuje się fenol i węglan dwufenylowy. W czasie procesu polikondensacji (6 godzin) masa reakcyjna gęstnieje. Otrzymuje się poliwęglan o granicznej liczbie lepkościowej w chloroformie 0,6 i wskaźniku szybkości płynięcia w temperaturze 250°C p = 5 kg, 3 g/10 min.

Przykład II. Postępowanie jak według przykładu I, stosując jako katalizator 0,2 g dwufenylaoetyloetoksylosilanu.

Przykład III. Postępowanie jak według przykładu I, stosując jako katalizator 0,2 g dwufenyloetyloetoksylanu i 0,2 g czterofenylosilanu.

Przykład IV. Addukt fenolowy 4,4-dwuhydroksydwuufenylopropanu w ilości odpowiadającej 228 g dwuhydroksy związku, 235 g węglanu dwufenyloowego oraz 0,2 g czterofenylosilanu stapia się w temperaturze 90—110°C w atmosferze gazu obojętnego, a następnie w temperaturze 140—160°C oddestylowuje się pod próżnią 50—70 mm Hg fenol, pochodzący z adduktu. W temperaturze 180—210° destyluje fenol z reakcji przeestrowania. Po 1 godzinie temperaturę podnosi się stopniowo do 280°, i pod próżnią poniżej 1 mm Hg oddestylowuje się fenol i węglan dwufenyloowy.

Przykład V. Postępowanie jak według przykładu IV stosując jako katalizator 0,2 g dwufenyloetyloetoksylanu.

Przykład VI. Postępowanie jak według przykładu IV stosując jako katalizator 0,2 g dwufenyloetoksylanu oraz 0, 2 g czterofenylosilanu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania poliestrów kwasu węglowego z estrów kwasu węglowego i z dwuwodorotlenowych związków aromatycznych lub z ich adduktów z fenolem w obecności katalizatora, **znamienny tym**, że jako katalizator stosuje się arylosilany lub alkiloarylosilany lub alkiloalkoksylany lub aryloalkoksylany lub aryloalkiloalkoksylany lub ich mieszaninę.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że katalizator stosuje się w ilości do 1% w stosunku do związku dwuhydroksylowego.