

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 98272

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 07.04.76 (P. 188614)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 14.03.77

Opis patentowy opublikowano: 31.10.1980

MKP

B01j 11/06

C01g 17/02

Int. Cl.².

B01J 23/14

C01G 17/02

Twórcy wynalazku: Zdzisław Gałdecki, Zbigniew Górkiewicz, Jadwiga Melon,
Zenon Tybora

Uprawniony z patentu : Politechnika Łódzka,
Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania bezpostaciowej odmiany dwutlenku germanu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania bezpostaciowej odmiany dwutlenku germanu, stosowanego jako katalizator reakcji polikondensacji poliestrów.

Znany z opisów patentowych Stanów Zjednoczonych Ameryki nr nr 3377320 i 3651018 sposób otrzymywania bezpostaciowej odmiany dwutlenku germanu polega na stapianiu krystalicznego dwutlenku germanu do temperatury 1250°C oraz gwałtownym schłodzeniu do temperatury pokojowej.

Główną wadą znanego sposobu jest bardzo niska trwałość otrzymanego dwutlenku germanu, który rozpuszczony w rozpuszczalniku bardzo szybko wypada z roztworu, natomiast przechowywany w postaci stopionej, szybko rekrystalizuje do odmiany krystalicznej, nierozpuszczalnej w rozpuszczalnikach.

Sposób otrzymywania bezpostaciowej odmiany dwutlenku germanu według wynalazku polega na tym, że masy krystalicznego dwutlenku germanu ogrzewa się stopniowo w ciągu co najmniej 5 godzin do temperatury 1300°C, korzystnie w tyglach kwarcowych w piecach silitowych, po czym przetrzymuje się w tej temperaturze stopiony dwutlenek germanu w ciągu dalszych 2 godzin, a następnie chłodzi się gwałtownie do temperatury pokojowej.

Chłodzenie w sposobie według wynalazku przeprowadza się w ten sposób, że tygiel z roztopionym dwutlenkiem germanu zanurza się do 1/2 wysokości w wodzie o temperaturze pokojowej. Tak zestudzony bezpostaciowy dwutlenek germanu, przechowywany w temperaturze pokojowej, w otwartym naczyniu, zachowuje swoją trwałość w ciągu 6 miesięcy.

W przypadku użycia jako medium chłodzącego ciekłego azotu, trwałość bezpostaciowej odmiany dwutlenku germanu przedłuża się do 9 miesięcy. Otrzymany bezpostaciowy dwutlenek germanu jest rozpuszczalny w wodzie oraz rozpuszczalnikach organicznych, przy czym jego wysoką trwałość osiąga się dzięki przetrzymywaniu stopionego dwutlenku germanu w temperaturze 1300°C, które gwarantuje likwidację sieci krystalicznej.

Bezpostaciowy dwutlenek germanu dodany jako katalizator reakcji polikondensacji, zwiększa szybkość reakcji w stosunku do innych katalizatorów, poprawia proces formowania, nadto otrzymany polimer cechuje się dużą przezroczystością.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania bezpostaciowej odmiany dwutlenku germanu drogą stapiania krystalicznego dwutlenku germanu i gwałtownego schładzania, z n a m i e n n y t y m, że masy krystalicznego dwutlenku germanu ogrzewa się stopniowo w ciągu co najmniej 5 godzin do temperatury 1300°C, korzystnie w tyglach kwarcowych w piecach silitowych, po czym przetrzymuje się w tej temperaturze stopiony dwutlenek germanu w ciągu dalszych 2 godzin, a następnie schładza się gwałtownie w znany sposób za pomocą wody lub ciekłego azotu.