

URZĄD
PATENTOWY
PRLPatent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 23.XII. 1964 (P 106 756)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.XI.1966

Kl. 39 ~~25/01~~

MKP C 08 f 13/00

UKD BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: mgr inż. Witold Kuran

Właściciel patentu: Instytut Chemii Ogólnej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania polimerów acenaftyleny

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania polimerów acenaftyleny stosowanych między innymi do elektrofotografii, impregnacji tkanin oraz jako surowiec do otrzymywania wymienników jonowych, a w postaci plastyfikowanej jako dielektryk.

Znane są sposoby otrzymywania poliacyleny na drodze polimeryzacji termicznej przy ewentualnym użyciu katalizatora nadtlenkowego, na drodze polimeryzacji jonowej wobec katalizatorów kationowych i anionowych bądź katalizatorów typu Zieglera, bądź wreszcie na drodze polimeryzacji zachodzącej pod wpływem promieniowania jonizacyjnego. W zależności od sposobu i warunków prowadzenia polimeryzacji otrzymuje się z różnymi wydajnościami poliacyleny, którego średni ciężar cząsteczkowy waha się w dość szerokich granicach.

Polimeryzację jonową acenaftyleny prowadzono dotychczas przy użyciu katalizatorów kationowych, jak np. chlorku glinowego, fluorku borowego lub fluorku borowego z dodatkiem katalizatora eteru etylowego, metanolu, wody lub tlenu stosując jako rozpuszczalniki chlorobenzen, chlorek etylu lub benzen, w zakresie temperatur od $-73,5^{\circ}\text{C}$ do $+60^{\circ}\text{C}$. Wydajność poliacyleny nie przekraczała jednak 75%.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania polimerów acenaftyleny metodą polimeryzacji kationowej w obecności taniego i łatwo dostępnego czterochlorku tytanu w roztworze wę-

2

glowodoru, najkorzystniej toluenu lub benzenu. Polimeryzacja wobec czterochlorku tytanu przebiega w krótkim okresie czasu w szerokim zakresie temperatur od -75°C do $+120^{\circ}\text{C}$ z bardzo dobrą wydajnością. Wydajność zależy głównie od stosunku użytego czterochlorku tytanu do acenaftyleny. Stwierdzono, że przy użyciu jako katalizatora czterochlorku tytanu w ilości 0,1 — 1,0% wagowych otrzymuje się poliacyleny z 100%ową wydajnością, przy czym ze wzrostem temperatury prowadzenia procesu stosuje się mniejsze ilości katalizatora.

Poliacyleny otrzymane sposobem według wynalazku jest bezpostaciowy, a jego średni ciężar cząsteczkowy osiąga wartości do 250000.

Przykład I. Do reaktora szklanego, przedmuchanego suchym i odtlenionym azotem, umieszczonego w termostacie o temperaturze 0°C , wprowadza się w strumieniu azotu 100 części wagowych acenaftyleny i 175 części wagowych suchego toluenu, przedestylowanego w atmosferze azotu. Naczynie reakcyjne zamyka się i przy silnym mieszanym powstałego roztworu wkrapla się do niego szybko 0,625 części wagowych 20%-owego roztworu czterochlorku tytanu w toluenie. Po upływie 0,5 godziny mieszaninę reakcyjną wlewa się stopniowo przy silnym mieszanym do 10000 części wagowych 3%-owego roztworu chlorowodoru w metanolu. Wytrącony polimer odsadza się, prze-

tanolu, następnie metanolem czystym i suszy w temperaturze 110°C do stałego ciężaru. Otrzymuje się 100 części wagowych poliacenaftyleny w postaci białego proszku z wydajnością 100%.

Przykład II. Do reaktora szklanego, przedmuchanego suchym i odtlenionym azotem, umieszczonego w termostacie o temperaturze -75°C, wprowadza się w strumieniu azotu 100 części wagowych acenaftyleny i 1300 części wagowych suchego toluenu, przedestylowanego w atmosferze azotu. Naczynie reakcyjne zamyka się i przy silnym mieszaniu powstałego roztworu wkrapla do niego szybko 6,25 części wagowych 20%-owego roztworu czterochlorku tytanu w toluenie. Po 0,5 godzinie mieszaninę reakcyjną wlewa się stopniowo przy silnym mieszaniu do 8000 części wagowych 3%-owego roztworu chlorowodoru w metanolu. Wytrącony polimer odsąca się, przemywa 3%-owym roztworem chlorowodoru w metanolu, następnie metanolem czystym i suszy w temperaturze 110°C do stałego ciężaru. Otrzymuje się 100 części wagowych poliacenaftyleny w postaci białego proszku z wydajnością 100%.

Przykład III. Do szklanego reaktora, przedmuchanego suchym i odtlenionym azotem, umieszczonego w termostacie o temperaturze +70°C, wprowadza się w strumieniu azotu 100 części wagowych acenaftyleny i 175 części wagowych suchego toluenu, przedestylowanego w atmosferze azotu. Dalej reakcję prowadzi się jak w przykładzie I. Otrzymuje się 100 części wagowych poliacenaftyleny w postaci białego proszku z wydajnością 100%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania polimeru acenaftyleny, **znamienny tym**, że polimeryzację prowadzi się wobec czterochlorku tytanu jako katalizatora w rozpuszczalniku węglowodorowym, najkorzystniej w toluenie lub benzenie.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że polimeryzację prowadzi się w temperaturach od -75°C do +120°C.