



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 28.05.79 (P. 215916)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.12.80

Opis patentowy opublikowano: 25.07.1983

Int. Cl.³
C07F 5/06

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Ludwik Synoradzki, Marek Bolesławski, Stanisław Pasynekiewicz, Krzysztof Jaworski, Mieczysław Zawadzki, Lucjan Ratajczak

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa; Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachownia”, Kędzierzyn-Koźle (Polska)

Sposób jednoczesnego wytwarzania związków trójalkiloboru i alkilodwuhalogenoglinu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób jednoczesnego wytwarzania związków trójalkiloboru o wzorze ogólnym R_3B i alkilodwuhalogenoglinu o wzorze ogólnym $RAIX_2$, w którym R oznacza niższą grupę alkilową, a X oznacza atom fluorowca.

Związki trójalkiloboru znajdują zastosowanie jako związki pośrednie do przemysłowego otrzymywania borowodoru, a także jako substraty w wielu syntezach związków metaloorganicznych i organicznych, takich jak alkilowanie w środowisku wodnym, sprzęganie grup alkilowych znajdujących się przy borze prowadzące do wytwarzania dowolnych struktur węglowych itp.

Związki alkilodwuhalogenoglinu znajdują zastosowanie jako katalizatory polimeryzacji alkenów, katalizatory typu Friedel-Craftsa i inne.

Dotychczas związki trójalkiloboru otrzymuje się głównie z halogenków boru lub z estrów kwasów borowych w reakcji ze związkami glinoorganicznymi. Alkilodwuhalogenoglin otrzymuje się z seskwialkoholohalogenoglinu i trójtlenku glinu lub przez destylację seskwialkoholohalogenoglinu i wielokrotną krystalizację, co jednak w wielu przypadkach nie jest możliwe do przeprowadzenia, np. w przypadku etylodwuchloroglinu w reakcjach trójtlenku boru z trójalkiloglinem lub dwualkoholohalogenoglinem tworzą się w temperaturze powyżej 200°C trójalkilobory z wydajnością 5–20%. Reakcja przebiega bardzo powoli.

2

W literaturze chemicznej brak jest informacji na temat stosowania w tej reakcji alkilodwuchloroglinu. Nie znana jest także metoda pozwalająca na równoczesne wytwarzanie trójalkiloboru i alkilochloroglinu z trójtlenku boru.

Sposób według wynalazku polega na tym, że poddaje się reakcji chemicznej suchy trójtlenek boru i seskwialkoholohalogenoglin, przy stosunku molowym B:Al, korzystnie mniejszym niż 1:23, ewentualnie w wysokowiskozym rozpuszczalniku organicznym, przy ciągłym mieszanii za pomocą szybkoobrotowego mieszadła ścinającego, w temperaturze wrzenia mieszaniny reakcyjnej, korzystnie w temperaturze ponad 200°C, oddestylowując powoli w trakcie reakcji trójalkilobor, a po zakończeniu reakcji alkilodwuhalogenoglin.

W takich warunkach grupy alkilowe dwualkoholohalogenoglinu przegrupowują się do boru, a alkilodwuhalogenoglin pełni rolę katalizatora i rozpuszczalnika, co jest szczególnie istotne ze względu na tworzący się w dużej ilości stały szlam poreakcyjny. Powstający trójalkilobor oddestylowuje się z mieszaniny reakcyjnej aż do całkowitego prze-reagowania trójtlenku boru, jednak destylację prowadzi się powoli, ponieważ obecność trójalkiloboru w mieszaninie reakcyjnej katalizuje reakcję jego otrzymywania. Po całkowitym oddestylowaniu trójalkiloboru w reaktorze pozostaje alkilodwuhalogenoglin i szlam poreakcyjny, które rozdziela się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.

Zastosowanie szybkoobrotowego mieszadła ścinającego ma istotne znaczenie w procesie według wynalazku. Powoduje ono intensywne odnawianie powierzchni i rozdrabnianie trójtlenku boru dając efekt podobny do mielenia.

Seskwialkilohalogenoglin stosowany w sposobie według wynalazku stanowi mieszaninę dwualkilohalogenoglinu i alkilodwuhalogenoglinu, o dowolnym stosunku.

Sposób według wynalazku umożliwia uzyskanie wydajności bliskiej teoretycznej, jednocześnie dwu cennych produktów, a stosowana do jego realizacji aparatura jest bardzo prosta. Ponadto sposób według wynalazku nadaje się do stosowania w skali technicznej.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładach wykonania, które nie ograniczają jego zakresu.

Przykład I. Do reaktora o objętości 1,5 dm³ zaopatrzonego w szybkoobrotowe mieszadło ścinające i kolumnę destylacyjną wprowadza się 500 g seskwimetylochloroglinu o zawartości 60% metylo-
dwuchloroglinu oraz 25 g suchego trójtlenku boru. Po osiągnięciu temperatury 170°C przy intensywnym mieszanii proces prowadzi się przez 10 go-
dzin zbierając jako pierwszą frakcję 38,1 g trój-
metyloboru w zbiorniku chłodzonym suchym lo-
dem, a jako drugą frakcję 298 g metylo-
dwuchloroglinu. Niedo-
destylującą pozostałość stanowi szlam po-
reakcyjny. Stopień wykorzystania boru w procesie

wynosi 94%, a metylo-
dwuchloroglin otrzymuje się z wydajnością 99%.

Przykład II. Do reaktora jak w przykła-
dzie I, wprowadza się 600 g seskwietylochloroglinu o zawartości 71% etylo-
dwuchloroglinu oraz 14,0 g trójtlenku boru. Po uzyskaniu temperatury 200°C, proces prowadzi się przez 8 godzin zbierając jako pierwszą frakcję 34,2 g trójetyloboru, a jako drugą frakcję 420 g etylo-
dwuchloroglinu. Stopień wyko-
rzystania boru w procesie wynosi 89%, a etylo-
dwuchloroglin otrzymuje się z wydajnością 99%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób jednoczesnego wytwarzania związków trójąłkiloboru o wzorze ogólnym R_3B i alkilodwuhalogenoglinu o wzorze ogólnym $RAlX_2$, w których R oznacza niższą grupę alkilową, a X atom fluo-
rowca, **znamienny tym**, że poddaje się reakcji su-
chy trójtlenek boru i seskwialkilohalogenoglin, przy stosunku B:Al, korzystnie mniejszym niż 1:23, ewentualnie w wysokowrzącym rozpuszczal-
niku organicznym, przy ciągłym mieszanii za po-
mocą szybkoobrotowego mieszadła ścinającego, w temperaturze wrzenia mieszaniny reakcyjnej, korzystnie w temperaturze ponad 200°C, oddesty-
lowując powoli w trakcie reakcji trójąłkilobor, a po zakończeniu reakcji alkilodwuhalogenoglin.