



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

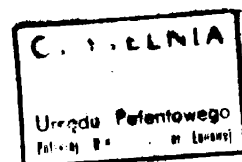
Int. Cl.³ C01B 6/10

Zgłoszono: 80 12 30 (P. 228844)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 07 05

Opis patentowy opublikowano: 1985 07 30



Twórcy wynalazku: Krzysztof Jaworski, Marek Bolesławski, Tadeusz Wierchoń,
Jarosław Przybyłowicz

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania dwuborosześciowodoru

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania dwuborosześciowodoru o wzorze B_2H_6 . Związek ten jest wykorzystywany jako podstawowy składnik do produkcji borowodorów o ogólnych wzorach B_nH_{n+4} i B_nH_{n+6} , w których n oznacza liczby całkowite większe lub równe 2. Wyższe borowodory otrzymane z dwuborosześciowodoru, a w szczególności związek o wzorze B_3H_9 , znalazł zastosowanie jako komponent wysokoenergetycznych paliw raketowych, natomiast związki o wzorze $B_{10}H_{14}$ stosuje się jako surowiec wyjściowy do produkcji dwukarbododekaboranu tzw. „karboranu”. Na bazie karboranów otrzymano najlepsze ze wszystkich dotychczas znanych tworzyw sztucznych tzw. polikarborany. Dwuborosześciowodor znalazł zastosowanie jako reagent w nowoczesnej syntezie organicznej do produkcji alkoholi, aldehydów, ketonów, cis-olefin, trójalkiloborów i cyklicznych połączeń boroorganicznych.

Znanych jest wiele sposobów wytwarzania dwuborosześciowodoru, np. z opisów patentowych Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3 088 804, 3 019 086 oraz z opisu patentowego Wielkiej Brytanii nr 832 133 znany jest sposób, który polega na bezpośrednim uwodornieniu tlenu borowego.

Z Bull. So. Chim. France, 1964, str. 2547 znany jest sposób polegający na bezpośrednim uwodornieniu boru w temperaturze 840°C i pod ciśnieniem $750\text{ atm. } (759,75 \cdot 10^5\text{ Pa})$. W tak wysokiej temperaturze zachodzi piroliza dwuborosześciowodoru do wyższych borowodorów, w związku z tym żądany produkt uzyskiwano z bardzo niską wydajnością.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu wytwarzania dwuborosześciowodoru, który zapewniłby dużą czystość i wysoką wydajność produktu.

Okazało się, że stosując odpowiedni katalizator, można przeprowadzić bezpośrednio uwodornienie boru do dwuborosześciowodoru w znacznie łagodniejszych warunkach, które eliminują niekorzystne procesy rozkładu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że do odtlenionego reaktora wprowadza się kolejno katalizator zeolitowy w formie lantanowcowo-wodorowej w strumieniu gazu obojętnego takiego jak azot lub argon i w czasie 1 do 3 godzin prowadzi się aktywację pod ciśnieniem $2 \cdot 10^5 - 5 \cdot 10^5\text{ Pa}$ w temperaturze $100-200^\circ\text{C}$, po czym wprowadza się bor amorficzny w zawieszynie w oleju parafino-

wym, również w strumieniu gazu obojętnego, a następnie wodór pod ciśnieniem $1 \cdot 10^5 - 5 \cdot 10^6$ Pa i prowadzi się reakcję w temperaturze $130-150^\circ\text{C}$, w czasie 3 do 40 godzin, a wydzielające się gazy chłodzi się ciekłym azotem w celu wydzielania dwuborosześciowodoru.

Reagenty stosuje się w ilościach równomolowych.

Przedmiot wynalazku ilustrują następujące przykłady wykonania.

Przykład I. Do odtlenionego reaktora wprowadzono w strumieniu azotu 0,05 g katalizatora zeolitowego w formie lantanowcowo-wodorowej, który aktywowano w ciągu 2 godzin pod ciśnieniem $3 \cdot 10^5$ Pa w temperaturze 150°C . Po aktywacji wprowadzono do reaktora w atmosferze oczyszczonego i suchego azotu w temperaturze 20°C 10,81 g (1 mol) boru amorficznego w postaci zawiesiny w 10 ml oleju parafinowego, a następnie wprowadzono wodór pod ciśnieniem $30,390 \cdot 10^5$ Pa. Mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze 135°C przez 12 godzin. Wydzielające się gazy, tj. dwuborosześciowodór i wodór, chłodziło ciekłym azotem w celu wydzielania dwuborosześciowodoru. Zawartość otrzymanego dwuborosześciowodoru w gazowych produktach wynosiła 3,3% objętościowych.

Przykład II. W warunkach opisanych w przykładzie I i stosując takie same ilości katalizatora i boru, do reaktora wprowadzono wodór pod ciśnieniem $35,455 \cdot 10^5$ Pa. Mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze 140°C przez 9 godzin, po czym postępowano jak w przykładzie I w celu wydzielania dwuborosześciowodoru. Zawartość dwuborosześciowodoru w gazowych produktach wynosiła 15,0% objętościowych.

Przykład III. Postępując analogicznie jak w przykładzie I wprowadzono do reaktora wodór pod ciśnieniem $30,390 \cdot 10^5$ Pa. Mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze 140°C przez 20 godzin. Zawartość dwuborosześciowodoru w gazowych produktach wynosiła 7,2% objętościowych.

Przykład IV. Postępowano jak w przykładzie III, z tą różnicą, że skrócono czas ogrzewania mieszaniny reakcyjnej do 6 godzin. Zawartość dwuborosześciowodoru w gazowych produktach reakcji wynosiła 4,2% objętościowych.

Przykład V. Postępowano jak w przykładzie III, z tą różnicą, że mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze 140°C przez 26 godzin. Zawartość dwuborosześciowodoru w gazowych produktach reakcji wynosiła 7,2% objętościowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwuborosześciowodoru o wzorze B_2H_6 polegający na bezpośrednim uwodornieniu boru, **znamienny tym**, że do odtlenionego reaktora wprowadza się kolejno katalizator zeolitowy w formie lantanowcowo-wodorowej w strumieniu gazu obojętnego i w czasie 1 do 3 godzin prowadzi się aktywację pod ciśnieniem $2 \cdot 10^5 - 5 \cdot 10^5$ Pa w temperaturze $100-200^\circ\text{C}$, po czym w strumieniu gazu obojętnego wprowadza się bor amorficzny w zawiesinie w oleju parafinowym, a następnie wprowadza się wodór pod ciśnieniem $1 \cdot 10^6 - 5 \cdot 10^6$ Pa i prowadzi się reakcję w temperaturze $130-150^\circ\text{C}$ w czasie 3 do 40 godzin, a wydzielające się gazy chłodzi się ciekłym azotem.