

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

O P I S P A T E N T O W Y PATENTU TYMCZASOWEGO

82464

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12q,24

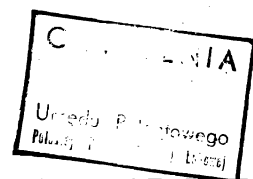
Zgłoszono: 03.10.1972 (P. 158048)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07d 5/22

Zgłoszenie ogłoszono: 01.06.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.12.1975



Twórca wynalazku: Zygmunt Kin

Uprawniony z patentu tymczasowego: Wyższa Szkoła Inżynierska im. Jana i Jędrzeja
Śniadeckich, Bydgoszcz (Polska)

Sposób otrzymywania pochodnych furfuralu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pochodnych furfuralu (alkoholu furfurylowego, 2-furfurylidenoacetonu, dwufurfurylidenoacetonu, furfurylidenodwuacetonu) do otrzymywania tworzyw sztucznych, takich jak plastobeton, kity chemoodporne, żywice do rdzeni w odlewnictwie itp.

Znany jest sposób wytwarzania żywicy furfurylidenoacetonowych na przykład według patentu polskiego nr 72664. Żywice tego typu otrzymuje się z gotowego alkoholu furfurylowego i aldehydu furfurylowego przez modyfikację jej acetonem. Inny sposób polega na otrzymywaniu tak zwanego „monomeru FA”, to jest mieszaniny 2-furfurylidenoacetonu i dwufurfurylidenoacetonu. Metody te posiadają jednak pewne wady i tak na przykład w patencie nr 72664 do wytwarzania żywicy używa się gotowy czysty alkohol furfurylowy. Do wytwarzania alkoholu furfurylowego konieczna jest droga aparatura (ciśnieniowe uwodarnianie furfuralu), bądź otrzymuje się go z małą wydajnością w przypadku stosowania samej tylko reakcji Cannizaro.

Celem wynalazku jest wytworzenie w bezpośredniej reakcji chemicznej alkoholu furfurylowego i innych pochodnych wymienionych na wstępie.

Istota wynalazku polega na tym, że reakcję syntezy przeprowadza się w dwóch fazach, w jednym reaktorze. W pierwszej fazie reakcji miesza się furfural z aldehydem mrówkowym w środowisku alkalicznym w temperaturze 25–35°C przez 4 godziny, a w drugiej fazie prowadzi się kondensację furfuralu z acetonem w tym samym reaktorze z utworzonym w pierwszej fazie reakcji alkoholem furfurylowym. Przez zakwaszenie środowiska reakcji uzyskuje się produkt, składający się z 40% alkoholu furfurylowego, 29% dwufurfurylidenoacetonu, 18% dwufurfurylidenoacetonu, 11% furfurylidenodwuacetonu i 2% innych domieszek, który może służyć bezpośrednio do produkcji tworzyw sztucznych, kitów chemoodpornych, zapraw spoiw. Na drodze destylacji próżniowej można z tego produktu oddestylować alkohol furfurylowy i używać do innych celów, a z pozostałości po destylacji wytwarzać również odpowiednie spoiwa.

Przykład: do reaktora z płaszczem wodnym dodaje się 168 dm³ furfuralu, 200 dm³ formaliny, 700 dm³ wody, miesza się i chłodzi do 10–15°C. W osobnym naczyniu rozpuszcza się 120 kg wodorotlenku sodowego w małej ilości wody, ten roztwór dodaje się wolno przez 2 godziny do reaktora. Temperatura reakcji wynosi 33°C. Po skończonym dozowaniu wodorotlenku sodowego zawartość reaktora miesza się jeszcze

2 godziny. Następnie do reaktora dodaje się 162 dm^3 acetonu i 168 dm^3 furfuralu. Temperatura wzrasta do 50°C i jest utrzymywana na tym poziomie przez 4 godziny. Po skończonej reakcji zawartość reaktora zakwasza się do pH 4,0 przez dodatek 300 dm^3 kwasu siarkowego o stężeniu 250 g/dm^3 , miesza się i dodaje 300 kg soli kuchennej. Zawartość reaktora przetłacza się do rozdzielacza, w którym oddziela się oleisty produkt. Otrzymuje się 415 kg produktu o składzie podanym w opisie. Z tego produktu przez zastosowanie destylacji próżniowej (10 mm słupa rtęci) otrzymuje się 160 kg alkoholu furfurylowego i 250 kg oleistej pozostałości. Oleistą pozostałość ogrzewa się przez 2 godziny w temperaturze 40°C i otrzymuje produkt przydatny do produkcji tworzyw, np. spoiw.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania pochodnych furfuralu, z n a m i e n n y t y m, że reakcję syntezy przeprowadza się w dwóch fazach w jednym reaktorze, w pierwszej fazie reakcji z furfuralu i aldehydu mrówkowego w temperaturze $25\text{--}35^\circ\text{C}$ w czasie od 1–10 godzin wytwarza się alkohol furfurylowy, a w drugiej fazie prowadzi się kondensację furfuralu i acetonu w tym samym reaktorze, w temperaturze $35\text{--}60^\circ\text{C}$ przez 1–5 godzin w środowisku uprzednio wytworzonego alkoholu furfurylowego, przez zakwaszenie środowiska reakcji 25–33% kwasem siarkowym wydziela się oleiste produkty reakcji.

2. Sposób otrzymywania pochodnych furfuralu według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że oleiste produkty reakcji poddaje się destylacji próżniowej przy 10 mm słupa rtęci.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, z n a m i e n n y t y m, że pozostałość po destylacji próżniowej ogrzewa się w temperaturze $30\text{--}40^\circ\text{C}$ przez 1–5 godzin.