



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

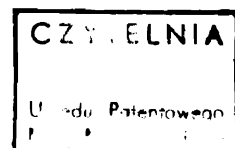
Int. Cl.³ C07C 31/24

Zgłoszono: 29.12.79 (P. 220883)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 30.10.81

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1984



Twórcy wynalazku: Tadeusz Lesiak, Krzysztof Marzec

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Mikołaja Kopernika,
Toruń (Polska)

Sposób wytwarzania nowego 6-hydroksymetyloheptanotriolu-1,2,7

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowego 6-hydroksymetyloheptanotriolu-1,2,7.

Sposób według wynalazku polega na tym, że łatwo dostępne z opadowego w przemyśle celulozowo-papierniczym furfuralu-estry: metylowy, etylowy lub propylowy kwasu 5-heksenodwukarboksylowego-1,1 utlenia się w temperaturze 270–293 K, a następnie poddaje reakcji redukcji. Utlenianie prowadzi się korzystnie za pomocą wodnego roztworu nadmanganianu potasowego w środowisku rozpuszczalnika organicznego, zwłaszcza acetonu, a reakcję redukcji za pomocą sodu w bezwodnym alkoholu etylowym.

Wytworzony w ten sposób 6-hydroksymetyloheptanotriol-1,2,7 wyodrębnia się z mieszaniny poreakcyjnej na drodze destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem.

Otrzymany sposobem według wynalazku 6-hydroksymetyloheptanotriol-1,2,7 w reakcji z organicznymi poliizocyjanianami tworzy usieciowane żywice poliuretanowe i ma zastosowanie jako środek sieciujący do wytwarzania poliuretanów, zwłaszcza zaś sztucznych pianek poliuretanowych, zastępując stosowaną do tego celu glicerynę, trójmetylolopropan, a także heksanotriol-1,2,6.

Sposób odznacza się wysoką reprodukowalnością oraz dużą wydajnością.

Wynalazek jest zilustrowany następującym przykładem.

Przykład. Do roztworu 11,5 g (0,05 mola) estru dwuetylowego kwasu 5-heksenodwukarboksylowego-1,1 w 0,28 dm³ acetonu o temperaturze 273 K dodaje się porcjami, intensywnie mieszając roztwór 8,1 g (0,051 mola) nadmanganianu potasowego w 0,25 dm³ wody. Po dodaniu całej ilości nadmanganianu potasowego, roztwór dekantuje się z nad osadu dwutlenku manganu, który następnie odsącza się i przemywa dwukrotnie 0,1 dm³ acetonu. Zdekantowany roztwór i przesącz łączy się i dodaje się do niego 220 g bezwodnego węgla potasowego. Po oddzieleniu górnej warstwy suszy się ją nad bezwodnym węglanem potasowym, a następnie po przesączeniu odparowuje aceton. Pozostałość rozpuszcza się w 0,18 dm³ bezwodnego alkoholu etylowego, zawierającego 2 g chlorku amonowego i do tak przygotowanego, wrzącego roztworu dodaje się szybko w kawałkach 23 g (1 mol) sodu. Następnie po zmniejszeniu się intensywności reakcji, całość ogrzewa się w temperaturze wrzenia do całkowitego rozpuszczenia sodu. Po rozpuszczeniu sodu i ochłodzeniu mieszaniny, do reaktora wprowadza się 0,15 dm³ wody i całość zobojętnia 24% roztworem

kwasu solnego. Wytrącony chlorek sodowy odsącza się i przesącz nasycą się bezwodnym węglanem potasowym. Po rozdzieleniu się mieszaniny oddziela się górną warstwę, a pozostałość ekstrahuje trzema porcjami $0,05 \text{ dm}^3$ alkoholu etylowego. Następnie połączone roztwory alkoholowe osusza się nad bezwodnym węglanem potasowym i po przesączeniu oddestylowuje się etanol, a pozostałość destyluje się pod ciśnieniem $4 \times 10^2 \text{ Pa}$, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 511 K. Otrzymuje się 6,1 g 6-hydroksymetyloheptanotriolu-1,2,7 (68% wydajności teoretycznej) w postaci gęstej, jasnożółtej cieczy o współczynniku załamania $n_D^{20} = 1,4951$ i gęstości $d_4^{20} = 1,1447$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania nowego 6-hydroksymetyloheptanotriolu-1,2,7, **znamienny tym**, że ester metylowy, etylowy lub propylowy kwasu 5-heksenodwukarboksylowego-1,1 utlenia się w temperaturze 270–293 K, a następnie poddaje reakcji redukcji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że utlenianie prowadzi się za pomocą wodnego roztworu nadmanganianu potasowego w środowisku rozpuszczalnika organicznego, zwłaszcza acetonu, a reakcję redukcji za pomocą sodu w bezwodnym alkoholu etylowym.