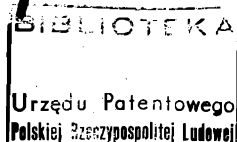


Wzrost 14/22



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47979

Kl. 12 o, 26/03
Kl. internat. C 07 f

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania tlenku dwubenzyllocynowego

Patent trwa od dnia 30 maja 1962 r.

Tlenek dwubenzyllocynowy jest półproduktem do otrzymywania stabilizatorów cynoorganicznych, nadających się do stabilizacji termicznej wyrobów szczególnie z polichlorku winylu i innych polimerów zawierających chlor.

Wiadomo, że wodorotlenki i tlenki niektórych dwupochodnych cynoorganicznych otrzymuje się w procesie hydrolizy alkalicznej odpowiednich dwuchlorowcopochodnych.

Znany sposób otrzymywania tlenku dwubenzyllocynowego (T. A. Smith i F. S. Kipping. J. Chem. Soc. 103 2047/1913) znajdujący zastosowanie tylko przy pracach laboratoryjnych polega na ogrzewaniu dwuchlorku dwubenzyllocynowego ze stężonym wodnym roztworem wodorotlenku amonowego użytym w nadmiarze.

Bez względu jednak na warunki prowadzenia tej hydrolizy, przy ogrzewaniu dwuchlorku

dwubenzyllocynowego z amoniakiem w wyższej lub niższej temperaturze, przy mniejszym lub większym rozcieńczeniu zawsze otrzymuje się tlenek dwubenzyllocynowy w postaci zbrylonej, uniemożliwiającej ze względów technicznych prowadzenie procesu hydrolizy w większej skali. Ponadto prowadzenie procesu hydrolizy utrudnia okluzja cząsteczek nieprzereagowanego chlorku dwubenzyllocynowego powstającym tlenkiem dwubenzyllocynowym; w tych warunkach trudne jest także odmycie produktu hydrolizy od jonów chloru.

Inne reakcje prowadzące do powstawania tlenku dwubenzyllocynowego z dwuchlorku dwubenzyllocynowego poprzez powstające przejściowo pochodne wodorotlenkowe są bardzo skomplikowane i długie i nie mogą być podstawą do otrzymania tlenku dwubenzyllocynowego w skali technicznej, jako mające wyłącznie teoretyczny charakter. Sposób według wynalazku usuwa opisane wyżej trudności i umożliwia uzyskanie w sposób łatwy i prosty

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Andrzej Pażgan, Julia Kamieńska i Edyta Boboli.

w skali technicznej tlenku dwubenzyllocynowego w postaci niezbrylonego białego sypkiego proszku. Sposób ten polega na stopniowym i powolnym wprowadzaniu, najlepiej wkraplaniu przy energicznym mieszaniu, wodnego roztworu amoniaku lub rozcieńczonego roztworu wodorotlenku metalu alkalicznego użytego w nadmiarze, do wodnej zawiesiny dwuchlorku dwubenzyllocynowego ogrzanej do temperatury 70—80°C.

Sposób ten umożliwia otrzymanie tlenku dwubenzyllocynowego niezbrylonego i czystego w postaci białego, sypkiego proszku.

Przykład I. Zawiesinę 75 g dwuchlorku dwubenzyllocynowego w 550 ml wody mieszając ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną. Po osiągnięciu temperatury 70° wkrapla się w ciągu 1/2 godziny 200 ml 10%-owego wodnego roztworu amoniaku, podnosząc temperaturę masy do 80°. Po wkropleniu roztworu amoniaku miesza się jeszcze około 30 minut, utrzymując temperaturę w granicach 75 — 80°, a następnie chłodzi i odsącza osad tlenku dwubenzyllocynowego. Osad ten początkowo przemywa się wodą zwykłą do zaniku reakcji alkalicznej, a następnie wodą destylowaną do zaniku reakcji na jon chloru. Przemyty osad suszy się na powietrzu lub w temperaturze 50° pod zmniejszonym ciś-

nieniem. Otrzymuje się czysty produkt z wydajnością prawie ilościową.

Przykład II. Zawiesinę 150 g dwuchlorku dwubenzyllocynowego w 900 ml wody ogrzewa się do temperatury 70° i wprowadza do niej powoli, przy energicznym mieszaniu, w ciągu około 40 minut, 750 ml 5%-owego wodnego roztworu wodorotlenku sodowego, podnosząc temperaturę masy do 80°. Następnie miesza się jeszcze masę przez około 1/2 godziny. Otrzymany drobnziarnisty osad tlenku dwubenzyllocynowego sączy się, przemywa i suszy jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania tlenku dwubenzyllocynowego przez hydrolizę dwuchlorku dwubenzyllocynowego roztworem amoniaku lub wodorotlenku metalu alkalicznego, znamienny tym, że do reakcji hydrolizy, którą prowadzi się w temperaturze 70—80° stosuje się wodną zawiesinę dwuchlorku dwubenzyllocynowego, przy czym środki alkaliczne wprowadza się stopniowo przy ciągłym mieszaniu.

Instytut Przemysłu Organicznego

Zastępca: mgr inż. Aleksander Zetel
rzecznik patentowy