

Warszawa, 27 maja 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



C08h 17/26

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 26355.

Kl. 80 b, 25/16.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wytwarzania środka wiążącego do budowy dróg.

Patent dodatkowy do patentu nr 23758.

Zgłoszono 21 sierpnia 1936 r.

Udzielono 24 marca 1938 r.

Pierwszeństwo: 28 września 1935 r. dla zastrz. 1; 21 grudnia 1935 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 25 sierpnia 1951 r.

Przedmiotem patentu nr 23 758 jest sposób wytwarzania środka wiążącego do budowy dróg przez dodawanie do smół, stosowanych do budowy nawierzchni drogowych, nieznacznych ilości chlorku wielowinylowego, potraktowanego chlorem. Sposób ten polega na tym, że dodatkowo schlorowany chlorek wielowinylowy zostaje rozpuszczony w poddawanej obróbce smołe bądź też zostaje do niej dodany po uprzednim rozpuszczeniu w odpowiednim rozpuszczalniku.

Stwierdzono jednak na podstawie prób, że dodawanie do smół nieznacznych ilości chlorku wielowinylowego, nie poddanego uprzednio specjalnemu chlorowaniu dodatkowemu, znacznie polepsza ich właściwo-

ści lepiszczowe. Różnica pomiędzy sposobem według patentu nr 23 758 a sposobem niniejszym polega zasadniczo na warunkach, w jakich następuje wprowadzanie chlorku wielowinylowego do smoły.

Wprowadzanie powyżej wzmiankowanego dodatku do smoły polega według wynalazku niniejszego na tym, że do smół, np. do smoły z węgla kamiennego, ogrzanych do wyższych temperatur, np. 100 — 120°C, dodaje się kilka dziesiętnych części procentu, np. 0,3% chlorku wielowinylowego, uprzednio całkowicie rozpuszczonego w stosowanym zwykle do tego celu rozpuszczalniku, np. w cykloheksanonie lub olejach smołowych, np. oleju antracenowym, oleju ciężkim lub średnim. Ten sam skutek

osiąga się, jeżeli chlorek wielowinylowy w postaci proszku zmiesza się bezpośrednio ze smołą, a następnie tę mieszaninę będzie się ogrzewało w ciągu dłuższego czasu (co najmniej jednej godziny) do temperatury co najmniej 130°C albo też pod ciśnieniem do nieco niższych temperatur. Ponieważ jednak tego rodzaju dłuższa obróbka cieplna mogłaby szkodliwie wpłynąć na jakość smoły pod innym względem, korzystniej jest więc wprowadzać chlorek wielowinylowy do smoły za pomocą odpowiedniego rozpuszczalnika. Najlepsze wyniki daje chlorek wielowinylowy o wyższym stopniu polimeryzacji, np. o liczbie $M > 10$. (Liczba M służy za miarę polimeryzacji chlorku wielowinylowego i oznacza liczbę gramów rozpuszczalnika, składającego się z 25% epichlorohydryny i 75% jednoclorobenzenu, niezbędną do całkowitego zżelowania 1 g chlorku wielowinylowego po ochłodzeniu roztworu do 20°C w ciągu 6 minut, przy czym podczas chłodzenia mieszanina powinna być jeszcze ciekła). Skoro jednak zdolność rozpuszczania smoły umożliwia rozpuszczanie odpowiednio większej ilości chlorku wielowinylowego, można więc uzyskać taki sam skutek dodając większą ilość chlorku wielowinylowego o niższym stopniu polimeryzacji.

Smoły, poddane obróbce według sposobu niniejszego, wykazują znacznie lepszą ciągliwość, jak to wynika z poniższych doświadczeń.

Dwie metalowe tulejki A i B o prześwicie otworu wylotowego 3 mm napełnia się około 1 cm³ smoły drogowej, składającej się z 25 części oleju antracenowego i 75 części palen z węgla kamiennego o punkcie mięknięcia 67° według Kraemer-Sarnowa. Smoła w tulejce A zawiera dodatek 0,5% chlorku wielowinylowego, podczas gdy smoła w tulejce B tego dodatku nie zawiera. Podczas wypływu z tulejki A w temperaturze 25°C powstają nitki smoły o długości powyżej 5,50 m, podczas gdy smoła,

wypływająca w tej samej temperaturze z tulejki B, tworzy nitki, zrywające się już przy długości 60 cm. Należy zaznaczyć, że wisność smół, potraktowanych według wynalazku, zmienia się bardzo nieznacznie.

Przykład I. 100 części smoły z węgla kamiennego, składającej się z 75 części palen z węgla kamiennego o punkcie mięknięcia 67° według Kraemer-Sarnowa i 25 części oleju antracenowego, ogrzewa się do około 120°C. Do tej smoły dodaje się 5 części 10%-owego przezroczystego roztworu chlorku wielowinylowego o liczbie $M = 35$ w oleju antracenowym, otrzymanego przez ogrzewanie do 120°C. Jak z tego wynika, gotowa mieszanina zawiera 0,5% chlorku wielowinylowego. Obydwa składniki łączą się z sobą dokładnie przez mieszanie. W porównaniu ze smołą wyjściową o punkcie kroplistości według Ubbelohde 39° i wisności 45,5 sek, wykazuje poddana obróbce smoła zaledwie nieznaczną zmianę tych wartości, a mianowicie jej kroplistość wynosi 40,1° i wisność 69,0 sek, przy czym pomiaru stopnia lepkości dokonano w gęstościomierzu do smoły drogowej w 50°C i przy otworze wylotowym o średnicy 10 mm.

Długość nitek potraktowanej smoły wynosi powyżej 6 metrów, podczas gdy nitki smoły niepotraktowanej zrywają się już przy długości 60 cm.

Aby przy badaniu ciągliwości według Dow (DIN 1995) uzyskać liczby, dające się porównywać, smole, potraktowanej chlorkiem wielowinylowym, nadano punkt kroplistości 39° przez dodanie do niej oleju antracenowego. Ciągliwość smoły niepotraktowanej w chwili zerwania, badana w 15°C, wynosiła 86 cm przy grubości nitki 86 μ , w przypadku zaś smoły potraktowanej — powyżej 105 cm przy grubości nitki, wynoszącej dokładnie 1500 μ .

Podobną korzystną zmianę właściwości smoły można również uzyskać według wynalazku, jeżeli zamiast normalnego chlorku wielowinylowego doda się do smoły innych

określonych winylowych produktów polimeryzacji względnie spolimeryzowanych i zawierających grupy winylowe produktów kondensacji acetylenu, zwłaszcza z pirolem lub produktami, zawierającymi pierścień pirolowy. Ostatnio wymienione produkty można wytwarzać np. w ten sposób, że w temperaturze podwyższonej w obecności substancji o działaniu zasadowym traktuje się acetylenem pirol względnie substancje zawierające pierścień pirolowy, a następnie produkty kondensacji polimeryzuje, ewentualnie w obecności przyspieszaczy. Wymienione produkty nadają się jednak przede wszystkim tylko wówczas do użytku, gdy bądź same są rozpuszczalne w smo- le, bądź zostają do niej dodane w rozpuszczalniku, który się rozpuszcza w smole bez ponownego wytrącenia rozpuszczonego produktu. Tak np. alkohol wielowinylowy nie nadaje się do tego celu, ponieważ nie jest on rozpuszczalny w smole, ani też nie są znane jego rozpuszczalniki, które by się z kolei rozpuszczały w smole bez wytrące- nia alkoholu wielowinylowego; natomiast szczególnie korzystnymi okazały się np.: wielowinylokarbazol oraz wielowinyłowe e-stry kwasu akrylowego, które rozpuszczają się bezpośrednio w ogólnie stosowanych smolach drogowych i które już w ilości po- niżej 0,5% powodują znaczne polepszenie technicznych właściwości smół drogowych. Fakt, że do polepszania właściwości smół, osiąganego dotychczas przez dodawanie normalnego chlorku wielowinylowego, moż- na częściowo z jeszcze lepszym skutkiem stosować również i inne produkty, jest też o tyle ważny, że liczne z tych produktów, np. wielowinylokarbazol, zaczynają się roz- kładać dopiero w wyższych temperaturach, tak iż w przypadkach, w których użycie smoły jest połączone z zastosowaniem znacznie podwyższonych temperatur, np. jako lepiszcze do mas, służących do zale- wania szczelin, lub lepiszcze dachowe, moż- na bez obawy stosować smoły, potraktowa-

ne według wynalazku, co wydawało się do- tychczas niemożliwe.

Polimeryzacja względnie kondensacja związków winylowych może być ewentual- nie uskuteczniata w ten sposób, że produk- ty wyjściowe rozpuszcza się jako takie w smole, a polimeryzację względnie konden- sację przeprowadza w roztworze w smole.

Przykład II. 100 części smoły z węgla kamiennego, składającej się z 60 części pa- ku z węgla kamiennego o punkcie mięknie- nia 67° według Kraemer-Sarnowa i 40 czę- ści oleju antracenowego, ogrzewa się do o- koło 140°C. Następnie do tej smoły dodaje się energicznie mieszając 3 części 10%-o- wego przezroczystego roztworu wielowiny- lokarbazolu w oleju antracenowym. Goto- wa mieszanina o zawartości 0,3% wielowi- nylokarbazolu wykazuje przy badaniu w ciągliwościomierzu według Dow (DIN 1995) w 30°C i przy wyciągnięciu 1 m grubość nitki około 4 mm, podczas gdy smoła wyj- ściowa przy tym samym wyciągnięciu daje nitkę o grubości, wynoszącej ściśle 0,5 mm.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania środka wiążą- cego do budowy dróg według patentu nr 23 758, znamienny tym, że do smół, o- grzanych do wyższych temperatur, dodaje się kilka dziesiętnych procentu normalnego chlorku wielowinylowego, jako takiego, lub całkowicie rozpuszczonego w rozpuszczal- niku.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że zamiast normalnego chlorku wielowinylowego stosuje się inne winylowe produkty polimeryzacji względ- nie spolimeryzowane i zawierające grupy winylowe produkty kondensacji acetylenu.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.