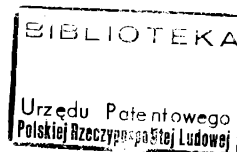


31 października 1931 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 14389.

Kl. 12 q 14.

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

Mk 1089 33/18

Sposób otrzymywania syntetycznych żywic.

Zgłoszono 25 kwietnia 1929 r.
Udzielono 3 września 1931 r.
Pierwszeństwo: 30 kwietnia 1928 r. (Niemcy).

Wykryto, że można otrzymać cenne sztuczne żywice, skoro pozbawioną fenoli lub zawierającą fenole surową solwentnaftę, jako taką, lub w mieszaninie z innymi fenolami, poddać działaniu kwasów borofluoro-tłuszczowych. Szczególnie odpowiedni w tym celu okazał się kwas borofluorooctowy, podczas gdy kwas borofluoromrówkowy, chociaż nadaje się również, to jednak wskutek tego, że łatwo się rozkłada, wymaga ostrożności przy stosowaniu.

Jako solwentnaftę stosuje się najkorzystniej wolną od zasad przemytą frakcję ciężkiego benzenu, wrzącą w granicach 160° — 185°C, która często zawiera jeszcze nieznaczne ilości fenoli. Stosu-

jąc wolną od fenoli przemytą frakcję benzenu, otrzymuje się nierozpuszczalne w olejach żywice. Stosując zawierającą fenol frakcję, której zawartość fenolu ewentualnie można podnieść zapomocą dodania fenoli, krezoli, naftoli i ciał podobnych, otrzymuje się żywice rozpuszczalne w oleju bardzo gęstym, otrzymanym z oleju lniatego lub olejku drzewnego zapomocą ogrzewania w temperaturze wysokiej. Skoro zawartość fenolu w mieszaninie reakcyjnej wynosi około 9 i więcej procentów obecnej w surowej solwentnaftcie ilości indenu, wówczas tworzą się żywice rozpuszczalne w olejach.

Reakcję prowadzi się w ten sposób, że do surowej solwentnafty lub jej miesza-

ny z fenolami lub naftolami, wlewa się bardzo powoli, mieszając, nieznaczne ilości kwasów borofluorotłuszczowych, (np. do 3% w stosunku do ilości surowej solwentnafty). Należy przytem zapomocą odpowiedniego prowadzenia reakcji, jako to, regulowania wysokości początkowej temperatury mieszaniny reakcyjnej, szybkości mieszania, dodawania katalizatorów, lub zapomocą rozcieńczania mieszaniny reakcyjnej obojętnym rozpuszczalnikiem, lub też zapomocą chłodzenia, dbać o to, aby temperatura reakcji nie przekraczała znacznie 70°C. Po 7 — 10 godzinem mieszaniu reakcja w większości przypadków się kończy, poczem płyn reakcyjny traktuje się alkalkjami lub tlenkami ziem alkalicznych i z odsączonego roztworu żywcowego usuwa się w sposób znany części lotne.

Wskutek stosowania w charakterze katalizatorów kwasów borofluorotłuszczowych tworzą się cenne pod względem przemysłowym wysokotopliwe żywice, o wysokiej odporności na działanie alkalkjów i kwasów, które różnią się zasadniczo od produktów znanych, dających się otrzymać z surowej solwentnafty zapomocą kwasu siarkowego albo chlorków metali. Podczas gdy otrzymywane dotychczas produkty wykazują stale mocne zabarwienie żółtawe, żółtawo-czerwone, lub żółto-brunatne, które to zabarwienia w otrzymywanych z rzeczonych żywic lakierych i masach sztucznych działają szkodliwie, to dające się otrzymać według niniejszego sposobu żywice są prawie bezbarwne lub tylko słabo zabarwione i wolne od zabarwień własnych, jakie posiadają wyżej przytoczone żywice. Wobec tego zapomocą żywic otrzymanych według wynalazku udało się otrzymać lakiery lub masy sztuczne o tak znacznej jasności, jakiej dotychczas zapomocą znanych substancyj kontaktowych nie dało się osiągnąć.

Przykład I. 200 części wagowych wolnej od fenolu i zasad surowej solwentnafty, wrzającej w granicach 160°C — 180°C, rozcieńcza się 50 częściami wagowymi ksylenu. Do wytworzonej cieplej o temp. 18—25°C mieszaniny wkrapla się, mieszając energicznie, stopniowo 2 cz. wag. kwasu borofluorooctowego. Temperatura reakcji wzrasta szybko od 60 — 65°C. Mieszaninę reakcyjną miesza się dalej około 7 godzin, rozcieńcza następnie 50 częściami wagowymi oczyszczonego benzenu i ogrzewa, dodając 15 — 20 części wagowych wapna palonego lub tlenku barowego, w ciągu $\frac{1}{4}$ do $\frac{1}{2}$ godziny, mieszając energicznie do temp. 80 — 100°C. Następnie odsącza się od osadu i oddestylowuje w próżni niezwywczale składniki. Otrzymuje się prawie bezbarwną żywicę, która w temperaturze 149°C zaczyna mięknąć, a w temperaturze 189°C się topi. Jest ona łatwo rozpuszczalna w aromatycznych węglowodorach i daje się, zarówno jak i produkty otrzymywane według następujących przykładów, przerabiać zapomocą eterów błonników, ewentualnie przy współudziale środków rozmiękczejących na cenne masy plastyczne. Prowadząc zaś w sposób znany polimeryzację użytej powyżej surowej solwentnafty zapomocą kwasu siarkowego, otrzymuje się żółto-brunatną żywicę o punkcie topliwości 110°C.

Przykład II. Do 100 cz. wag. ogrzanej do 35°C surowej solwentnafty, zawierającej 58% kumaronu i indenu i 4% substancji w rodzaju fenoli (fenole + krezole) wlewa się powoli, mieszając energicznie w ciągu 2 — 3 godzin, 2 cz. wag. kwasu borofluorooctowego, przyczem temperatura cieczy reakcyjnej wzrasta do 60°C. Zapobiegając zapomocą odpowiedniego chłodzenia dalszemu wzrostowi temperatury reakcji, mieszaninę reakcyjną miesza się jeszcze stale w ciągu 6 — 7 godzin i następnie dodając 25 cz. wag. ksylenu lub czystej solwentnafty i 6 — 8 cz. wag. tlen-

ku barowego ogrzewa w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny w temp. 80 — 90°C. Z przesączonego, prawie bezbarwnego roztworu reakcyjnego oddestylowuje się w próżni lotne składniki. Pozostaje 55 części wagowych prawie bezbarwnej żywicy o punkcie zmięknienia 140°C i punkcie topliwości 165°C. Rozpuszczalną w oleju lnianym i drzewnym, jak również oleju terpentynowym, tetralinie i aromatycznych węglowodorach żywicę można z korzyścią stosować do otrzymywania lakierów olejnych.

Przykład III. 600 części wagowych wolnej od fenoli i zasad solwentnafty, zawierającej 36% indenu i 20% kumaronu i wrzącej w granicach 164 — 185°C, zadaje się 21 cz. wag. fenolu lub krezolu surowego, lub 33 cz. wag. β -naftolu i w temperaturze początkowej 30 — 40°C, mieszając energicznie, dodaje się w ciągu 3 godzin 10 cz. wag. kwasu borofluorooctowego. Reakcja przebiega przy szybkim wzroście temperatury. Po 10 godzinnem mieszaniu, dodając 25 cz. wag. wapna palonego, ogrzewa się do 190° w ciągu $\frac{1}{2}$ go-

dziny, poczem nieznacznie zabarwioną ciecz reakcyjną przerabia się dalej w sposób opisany w przykładzie II.

Otrzymuje się 320 części wagowych bardzo jasnej rozpuszczalnej w oleju żywicy, która się topi w temperaturze około 147°C. Daje się ona przerabiać za pomocą oleju lnianego i drzewnego na twarde, elastyczne, bardzo jasne lakiery, dające powłoki o wybitnej odporności na wpływy atmosferyczne.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania syntetycznych żywic, znamienny tem, że surową solwentnaftę, jako taką, lub w mieszaninie z fenolami albo naftolami poddaje się działaniu kwasów borofluorotłuszczowych.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: K. Czempiński,
rzecznik patentowy.

