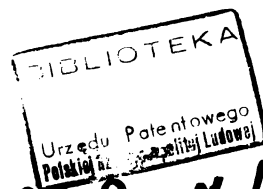


20 sierpnia 1925 r.

2

URZĄD PATENTOWY



COG 7 7/06

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 1829.

Constantin Tarassoff
(Moskwa, Z. S. S. R.).

Kl. 22 h¹ 7/06

22h¹ 7/06

Sposób otrzymywania produktów kondensacji terpentyny i terpenów, zmieszanych z fenolami lub ich pochodnymi i aldehydem mrówkowym tudzież jego produktami polimeryzacji.

Zgłoszono 20 lutego 1923 r.
Udzielono 31 marca 1925 r.

Wykryto, że mieszanina, składająca się z fenolu lub jego pochodnych i terpentyny, po nagrzaniu jej np. do 55—75° C i dodaniu niewielkiej ilości sulfokwasów ropy, po dokładnem wymieszaniu samorzutnie szybko się nagrzewa i temperatura jej wzrasta do, a nawet powyżej, 150° C. Mieszanina wrze, wydzielając dwutlenek siarki, co wskazuje na rozkład sulfokwasów ropy. Po ochłodzeniu otrzymuje się ciecz dość gęsta, w postaci żywicy (smółki) o barwie ciemno-brunatnej. Ilość terpentyny w stosunku do fenolów i odwrotnie, jak również ilość sulfokwasów ropy, w stosunku do terpentyny i fenolów, może się wahać w granicach dość szerokich. W ten sposób polimeryzacja przedwstępna odbywa się bez udziału aldehydu mrówkowego.

Otrzymaną w ten sposób mieszaninę poddaje się dalszej kondensacji, działając na nią aldehydem mrówkowym, i, zależnie od ilości tego ostatniego w stosunku do ilości mieszaniny użytej do reakcji, otrzymuje się rozmaite pod względem własności produkty kondensacji:

1. Produkt topliwy w postaci smółki, który łatwo rozpuszcza się w benzolu, toluolu i t. p. rozpuszczalnikach, lecz nie rozpuszcza się w alkoholu.

2. Produkt pośredni, nietopliwy, wykazujący w stanie nagrzanym wysoką elastyczność.

3. Produkt ostateczny, posiadający elastyczność dostateczną, a ponadto twardy i trwały o tyle, iż daje się obrabiać mechanicznie. Po za tem przed zestaleniem się

produkt ten daje się odlewać w formy odkryte, co w stopniu znacznym wpływa na spokojny przebieg polimeryzacji, uskutecznianej działaniem temperatury właściwej.

Dla spotęgowania elastyczności i jednocześnie zachowania twardości produktu ostatecznego, do mieszaniny wskazanej dodaje się rozmaite ilości olejów roślinnych, np. oleju rycynowego i, w zależności od ilości tego ostatniego, otrzymuje się produkty o takich lub innych własnościach.

Dodanie oleju rycynowego do produktu ostatecznego umożliwia ponadto utrzymanie go w fazie przejściowej, w jakiej produkt ten wykazuje wielką elastyczność. Można go utrzymać w tej fazie przez okres czasu wystarczający do nadania mu odpowiedniego kształtu, nie ulegającego już zmianie przy dalszym zestalaniu się produktu. Można to osiągnąć, przerywając proces zestalania się w chwili właściwej i ochładzając produkt. Wogóle olej rycynowy, dodany do masy reagującej, łagodzi proces egzotermiczny zachodzący podczas otrzymywania produktów ostatecznych.

Oprócz wskazanych powyżej produktów kondensacji z mieszaniny tej można otrzymywać lakiery płynne, szczególnie przy współudziale oleju rycynowego w procesie zestalania. Lakiery te otrzymuje się w postaci ruchliwej płynnej masy, podobnej do żywicy, zawierającej całkowitą ilość aldehydu mrówkowego, niezbędną do wytworzenia produktu ostatecznego.

Celem otrzymania tych lakierów nagrzewa się mieszaninę, otrzymaną uprzednio z fenolu i terpentyny, w obecności aldehydu mrówkowego w aparacie próżniowym lub w zwykłym naczyniu zamkniętym, wyposażonym w mieszadło i chłodnicę, aż do odpędzenia wody. Procesu jednak nie doprowadza się do końca, lecz, dodając benzolu, toluolu lub t. p. rozpuszczalnika, powstrzymuje się dalsze zestalanie się produktu.

Taśma, tkanina lub tektura, przepojona lub pokryta tym produktem, po nagrzaniu

w temperaturze właściwej pokrywa się nieopliwą warstwą lakieru o wielkiej elastyczności. Twardość i elastyczność tej warstwy są wprost proporcjonalne do temperatury i czasu nagrzewania.

Dzięki własnościom powyższym lakiery te znajdują szerokie zastosowanie w elektrotechnice i innych gałęziach przemysłu.

Dla wyjaśnienia procesu podano kilka przykładów:

Przykład I. Bierze się 240 g fenolu lub krezolu, 160 g terpentyny, 15 g 65% kwasów sulfonowych ropy naftowej i 300 g 40%-ej formaliny.

Proces dzieli się na dwie fazy: a) otrzymywanie mieszaniny lub polimeryzacja przedwstępna bez udziału formaliny i b) dalsza polimeryzacja przy pomocy aldehydu mrówkowego.

Faza pierwsza polega na tem, że fenol i terpentynę nagrzewa się do 70—75° C, po czym dodaje się sulfokwasów ropy naftowej, mieszając dokładnie; temperatura przytem wzrasta, np. do 150° C i ciecz poczyną wrzeć. Na tem kończy się faza pierwsza.

Po ochłodzeniu mieszaniny przystępuje się do uskutecznienia fazy drugiej procesu, którą można wykonać w sposób dwójaki, a mianowicie: do mieszaniny wprowadza się całkowitą, wskazaną powyżej ilość formaliny i, mieszając bezustannie, nagrzewa się w celu usunięcia wody np. do 50° C.

Skoro ilość wody odparowanej wyniesie 150—200 g, natenczas nagrzewanie i mieszanie przerywa się i otrzymaną masę wlewa się do formy, pozostawiając ją w spokoju w temperaturze 30—40° C w ciągu kilku godzin. Późem, podnosząc stopniowo temperaturę do 105—120° C, przeprowadza się zestalenie się produktu.

Można również przeprowadzić drugą fazę w ten sposób, iż ilość formaliny rozdziela się na kilka części.

Otrzymany produkt ostateczny posiada barwę jasno-szara.

Przykład II. 120 g fenolu, 80 g terpentyny, 15 g 65% kwasów sulfonowych ropy naftowej, 75 g oleju rycynowego i 175 g formaliny traktuje się w sposób wskazany w przykładzie I.

Podczas fazy pierwszej przed dodaniem kwasów sulfonowych temperatura mieszaniny wynosi 55° C. Olej rycynowy wprowadza się podczas fazy drugiej.

Dla otrzymania produktu w postaci płynnej, odparowuje się tylko 90 g wody, produkt wlewa się do form, rozcieńczając go rozpuszczalnikami, poczem lakier staje się gotowym do użytku.

Przykład III. 100 g fenolu, 100 g terpentyny, 15 g sulfokwasów 70 g formaliny traktuje się jak poprzednio. Prowadzenie procesu również rozkłada się na dwa okresy.

a) Mieszaninę fenolu i terpentynę nagrzewa się do 40° C, poczem, mieszając, dodaje się kwasu sulfonowego; temperatura wzrasta do 75—85° C. Następnie mieszaninę nagrzewa się do wrzenia w naczyniu, wyposażonem w chłodnicę zwrotną, w ciągu około 3 godzin. Po ochłodzeniu otrzymuje się gęstą, smolistą masę, która wydziela dwutlenek siarki, powstały wskutek rozkładu sulfokwasów. Na tem kończy się pierwszy okres procesu.

b) Do mieszaniny wprowadza się formalinę, miesza i nagrzewa, dopóki nie zniknie zapach tej ostatniej. Otrzymuje się w ten sposób gęstą masę smolistą, którą po ostudzeniu dokładnie proszkuje się, przemylwa wodą, dodaje nieco wodnego roztwo-

ru amonjakalnego i suszy. Po wysuszeniu masę w postaci proszku topi się, otrzymując w ten sposób produkt rozpuszczalny w benzolu i toluolu, lecz nierozpuszczalny w alkoholu. Produkt ten może znaleźć zastosowanie do wyrobu laku (lakierów), zastępującego kopal i inne smoły kopalne.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania nietopliwych, stałych produktów ostatecznych oraz lakierów płynnych z mieszaniny składającej się z fenolu lub jego pochodnych, terpentyny lub innych terpenów i aldehydu mrówkowego lub jego produktów polimeryzacji, znamienny tem, że fenol lub jego pochodne, zmieszane z terpentyną lub innymi terpenami, poddaje się w obecności sulfokwasów ropy naftowej polimeryzacji przedwstępnej, poczem dopiero dalszą polimeryzację uskutecznia się zapomocą aldehydu mrówkowego w obecności olejów roślinnych lub też bez tych ostatnich.

2. Sposób otrzymywania lakierów płynnych, znamienny tem, że produkt kondensacji przedwstępnej w postaci płynnej masy smolistej, zawierający ilość aldehydu mrówkowego, niezbędną do utworzenia nietopliwego stałego produktu ostatecznego, rozcieńcza się rozpuszczalnikiem.

Constantin Tarassoff.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.