



Patent, tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

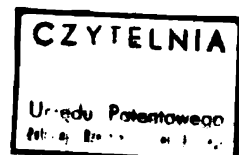
Zgłoszone 17.02.78 (P. 204723)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono 26.02.79

Opis patentowy opublikowano 27.02.1982

Int. Cl.² C09K 13/00
C25D 3/32



Twórcy wynalazku: Czesław Kajdas, Aldona Kwiatek, Teresa Jóźwiak,
Ewa Wawak, Ewa Górniak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Świętokrzyska, Kielce (Polska)

**Sposób wytwarzania dodatków wyblyszczających
do słabo-kwaśnych kąpeli galwanicznego
cynkowania z połyskiem**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania dodatków wyblyszczających do słabo-kwaśnych kąpeli galwanicznego cynkowania z połyskiem.

Do galwanicznego wytwarzania blyszczących powłok cynkowych w słabo-kwaśnych kąpielach jako dodatki stosowane są związki organiczne, takie jak: ketony aromatyczne, eter alkiilo-aromatyczne, α -nienasycone alifatyczne związki karbonylowe, związki heterocykliczne z atomem azotu w pierścieniu i inne. Dodatki te stosowane są łącznie ze związkami powierzchniowo-czynnymi.

Znane są różne sposoby otrzymywania w stanie czystym wymienionych związków stosowanych jako dodatki wyblyszczające. Otrzymywanie ich jest skomplikowane i oparte na drogich i trudno dostępnych surowcach. Ponadto dodatki te dają efekty w określonych zakresach gęstości prądu i wymagają dodatkowego stosowania, do kąpeli galwanicznych, związków powierzchniowo-czynnych.

Celem wynalazku jest opracowanie, na bazie łatwo dostępnych surowców, prostej metody syntezy dodatków do słabo-kwaśnych kąpeli galwanicznego cynkowania z połyskiem.

Stwierdzono, że cel ten można osiągnąć prowadząc rozkład wodorotlenku kumenu w środowisku jednowodorotlenowych alifatycznych alkoholi.

Sposób według wynalazku polega na tym, że prowadzi się rozkład wodorotlenku kumenu w środowisku jednowodorotlenowych alifatycznych alkoholi I-rzęd. C₅-C₁₈ korzystnie C₁₀-C₁₄, przy zachowaniu stosunku

2

molowego alkohol : wodorotlenek kumenu = 1 : 0,25 - 1 : 2,5 korzystnie 1 : 0,5 uzyskując mieszaninę tlenowych związków organicznych. Rozkład wodorotlenku kumenu prowadzi się w temperaturze 130-250°C korzystnie 200°C, a jego dozowanie do środowiska alkoholowego prowadzi się z szybkością 0,2-2,0 cm³/min., korzystnie 0,4 cm³/min. w stosunku do objętości 1 mola alkoholu.

Głównymi składnikami uzyskanej mieszaniny są aromatyczne związki karbonylowe o wzorach ogólnych jak na rysunku. Mieszanina ta jest kompozycją substancji wyblyszczających i jednocześnie związków powierzchniowo-czynnych, stosowanych do kąpeli galwanicznych.

Dotychczas wodorotlenek kumenu stosowany jest jako półprodukt w kumenu metodzie otrzymywania fenolu, jako aktywny katalizator polimeryzacji monomerów winylowych oraz jako katalizator polimeryzacji butadienu w przemyśle kauczuku syntetycznego.

W sposobie według wynalazku wodorotlenek kumenu znajduje zastosowanie jako półprodukt do syntezy związków stanowiących dodatki wyblyszczające. Stosując tę mieszaninę jako dodatek do słabo-kwaśnych kąpeli galwanicznego cynkowania uzyskuje się lustrzane powłoki cynkowe w szerokim zakresie gęstości prądu, a ponadto nie jest konieczne stosowanie związków powierzchniowo-czynnych. Pozwala to zmniejszyć ilość operacji technicznych związanych z przygotowaniem kąpeli do galwanicznego cynkowania. Sposób wytwarzania dodatków wyblyszczających do słabo-kwaśnych

kąpieli galwanicznego cynkowania z połyskiem, według wynalazku, jest prosty i oparty na tanich i łatwo dostępnych surowcach.

Przykład I. W reaktorze o pojemności 500 cm³ zaopatrzonym w chłodnicę, termometr, mieszadło, umieszcza się 1 mol – 144,3 g 1-nonanolu i podgrzewa do temperatury 190°C w atmosferze gazu obojętnego ciągle mieszając. Następnie utrzymując stałą temperaturę i mieszając, wprowadza się 0,25 mola – 38,05 g wodoronadtlenku kumenu z szybkością 0,4 cm³/min. Po wprowadzeniu całej ilości wodoronadtlenku kumenu, produkt reakcji jeszcze w ciągu 30 minut utrzymuje się w atmosferze gazu obojętnego w temperaturze reakcji ciągle mieszając.

Wydajność produktu ok. 80% masy substratów.

Przykład II. Postępując jak w przykładzie I, w reaktorze umieszcza się 1 mol – 144,3 g 1-nonanolu i po ogrzaniu do temperatury 190°C w atmosferze gazu obojętnego, wprowadza się 0,5 mola – 76,1 g wodoronadtlenku kumenu z szybkością 0,4 cm³/min. Wydajność produktu ok. 80% masy substratów.

Przykład III. Postępując jak w przykładzie I, w reaktorze umieszcza się 1 mol – 144,3 g 1-nonanolu i po ogrzaniu do temperatury 90°C w atmosferze gazu obojętnego, wprowadza się 1 mol – 152,2 g wodoronadtlenku kumenu z szybkością 0,4 cm³/min.

Wydajność produktu ok. 80% masy substratów.

Przykład IV. Postępując jak w przykładzie I, w reaktorze umieszcza się 1 mol – 130,2 g 1-oktanolu i po ogrzaniu do temperatury 180°C w atmosferze gazu obojętnego, wprowadza się 0,5 mola – 76,1 g wodoronadtlenku kumenu z szybkością 0,4 cm³/min. Wydajność produktu ok. 80% masy substratów.

Przykład V. Postępując jak w przykładzie I, w reaktorze umieszcza się 1 mol – 158,3 g 1-dekanolu i po

ogrzaniu do temperatury 200°C w atmosferze gazu obojętnego, wprowadza się 0,5 mola – 76,1 g wodoronadtlenku kumenu z szybkością 0,4 cm³/min. Wydajność produktu ok. 80% masy substratów.

Przykład VI. Postępując jak w przykładzie I, w reaktorze umieszcza się 1 mol – 214,4 g 1-tetradekanolu i po ogrzaniu do temperatury 220°C w atmosferze gazu obojętnego, wprowadza się 0,5 mola – 76,1 g wodoronadtlenku kumenu z szybkością 0,4 cm³/min. Wydajność produktu ok. 80% masy substratów.

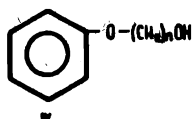
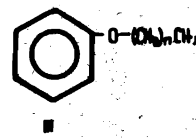
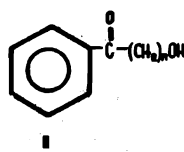
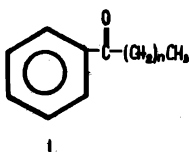
Otrzymane według powyższych przykładów produkty stanowią kompozycję związków, które stosując jako dodatki do słabo-kwaśnych kąpieli galwanicznego cynkowania uzyskuje się błyszczące powłoki cynkowe.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania dodatków wyblyszczających do słabo-kwaśnych kąpieli galwanicznego cynkowania z połyskiem, **znamienny tym**, że prowadzi się rozkład wodoronadtlenku kumenu w środowisku jednowodorotlenowych alifatycznych alkoholi I-rzęd. przy zachowaniu stosunku molowego alkohol : wodoronadtlenek kumenu = 1 : 0,25 – 1 : 2,5 korzystnie 1 : 0,5 uzyskując mieszaninę tlenowych związków organicznych.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozkład wodoronadtlenku kumenu prowadzi się w środowisku jednowodorotlenowych alifatycznych alkoholi I-rzęd. C₅–C₁₈ korzystnie C₁₀–C₁₄, w temperaturze 130–250°C korzystnie 200°C.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że dozowanie wodoronadtlenku kumenu do środowiska alkoholowego prowadzi się z szybkością 0,2–2,0 cm³/min., korzystnie 0,4 cm³/min. w stosunku do objętości 1 mola alkoholu.



gdzie n = 2–10

