

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48997

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 29. IV. 1964 (P 104 449)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 29. MAR. 1966

Kl.

30, 10

MKP C 08 g 17/16

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: dr Zbigniew Zieliński, mgr Eugeniusz Beres
Właściciel patentu: Biuro Projektów Przemysłu Farb i Lakierów
„Prolak”, Gliwice (Polska)

Ciągły sposób wytwarzania żywic alkidowych i urządzenie do stosowania tego sposobu

1
Znane są sposoby wytwarzania żywic alkidowych modyfikowanych olejami lub kwasami tłuszczowymi olejów polegające na wytworzeniu z oleju lub z kwasów tłuszczowych i alkoholi wielowodorotlenowych zwłaszcza gliceryny monoestrów a również ewentualnie i dwuestrów oraz dalszą ich estryfikację organicznym kwasem dwuzasadowym lub jego bezwodnikiem, zwłaszcza bezwodnikiem ftalowym i polimeryzację względnie kondensację tych związków. Reakcje te przeprowadza się okresowo czyli systemem szarżowym w reaktorach ogrzewanych, zaopatrzonych w mieszkadło, węzownice, chłodnice i inne znane wyposażenie. Te znane sposoby wytwarzania żywic alkidowych następczą szereg trudności wynikających z tego, że do otrzymania mono i dwuestrów w procesie alkoholizy oleju stosuje się katalizatory alkaliczne. Kwaśne żywice pozostałe w reaktorze po zakończeniu reakcji poliestryfikacji dezaktywują katalizatory alkoholizy, wobec czego wymagane jest po każdej szarży doskonale oczyszczenie reaktora. Poważną trudność sprawia usuwanie wody powstającej w procesie poliestryfikacji, wskutek czego proces ten trwa dość długo np. 9—30 godzin. Długi okres czasu, w którym masa reakcyjna utrzymywana jest w temperaturze reakcji powyżej 200°C wpływa niekorzystnie na barwę produktu, a ponadto produkt wykazuje znaczny rozrzut wielkości drobin. Również inne właściwości fizyko-chemiczne poszczególnych szarż znacznie różnią się między sobą.

2
Znane jest również prowadzenie poliestryfikacji w sposób ciągły. Masę reakcyjną wprowadza się na szczyt kolumny z wypełnieniem ogrzanej do temperatury reakcji. Ciekła masa reakcyjna spływa po wypełnieniu, a od dołu kolumny wprowadza się gaz obojętny, który spotykając się z masą reakcyjną w przeciuprądzie, ułatwia usuwanie pary wodnej wydzielanej w reakcji. Tą drogą znacznie skraca się czas trwania procesu. Mimo niewątpliwych zalet sposób ten nie jest rozwiązaniem zadowalającym ponieważ w martwych przestrzeniach wypełnienia zatrzymuje się i polimeryzuje masa reakcyjna, po czym stopniowo zakleja się żywicą przelot kolumny. Konieczne jest czyszczenie kolumny, co wobec sklejenia całego wypełnienia jest dość skomplikowane.

Wynalazek polega na prowadzeniu procesów poliestryfikacji ciągłej w bardzo cienkiej warstewce czyli tak zwanym filmie masy reakcyjnej spływającej po gładkiej ogrzanej powierzchni przy równoczesnym przepływie gazu obojętnego w przeciuprądzie przeciwnym ponad tą warstewką.

Urządzenie według wynalazku stanowi kolumna utworzona z dwóch współśrodkowych pionowych rur umieszczonych jedna w drugiej. Na wewnętrznej rurze zamocowana jest taśma blaszana w postaci spirali o nieznacznie zagiętym do góry obrzeżu, po której spływa warstewka cieczy reakcyjnej. W celu utrzymania temperatury reakcji, rura wewnętrzna lub rura zewnętrzna albo obie te rury, są

ogrzewane w dowolny sposób, np. za pomocą odpowiedniego medium grzejnego jak dowterm lub elektrycznie indukcyjnie bądź za pomocą grzejników oporowych.

Według wynalazku najpierw przygotowuje się w znany sposób okresowy lub ciągły monoestry alkoholi wielowodorotlenowych zwłaszcza gliceryny, wśród których mogą się znajdować również i dwuestry, dodaje się do tego półproduktu odpowiedniego kwasu dwuzasadowego lub jego bezwodnika, zwłaszcza bezwodnika ftalowego i korzystnie w stanie podgrzanym, wprowadza się na szczyt kolumny, dozując równomiernie aby uzyskać równomierną grubość ściekającej warstewki. Pożądane jest utrzymywanie w górnej części kolumny temperatury 230°C , w której ciecz reakcyjna rozpuszcza się doskonale po taśmie spiralnej i w której rozpoczyna się reakcja. Ogrzewanie reguluje się tak, aby temperatura stopniowo wzrastała ku dołowi kolumny osiągając w dolnej części około 255°C . Ten gradient temperatury korzystnie kompensuje gęstnienie cieczy reakcyjnej w czasie reakcji, zachodzące w wyniku kondensacji i polimeryzacji. Do kolumny od dołu wprowadza się podgrzany gaz obojętny, np. azot, a z góry kolumny odbiera się ten gaz wraz z parą wodną.

Przykład urządzenia według wynalazku jest przedstawiony na rysunku schematycznym stanowiącym przekrój pionowy kolumny.

Kolumna składa się z rury zewnętrznej 1 i rury wewnętrznej 2. Na rurze zewnętrznej 1 umieszczony jest płaszcz grzejny 3, a wewnątrz rury wewnętrznej dodatkowy grzejnik oporowy 4 nagrzewający tylko dolną część kolumny w celu uzyskania wymaganego gradientu temperatury. Spiralna taśma blaszana 5 zamocowana na rurze wewnę-

trznej 2 przedstawia w przekroju osiowym kolumny linie poziome. Taśma ma obrzeże zewnętrzne zagięte do góry. Zbiornik 6 jest zbiornikiem zapasu monoglicerydów z bezwodnikiem ftalowym. Do podgrzewania wprowadzonej na kolumnę cieczy służy grzejnik 7. Sito 8 ma na celu równomierny rozdział cieczy na powierzchnię górnego uzwojenia spiralnej taśmy. Króciec 9 służy do doprowadzania podgrzanego gazu obojętnego, króciec 10 do odbioru masy poreakcyjnej, a króciec 11 połączony z kondensatorem 12 do odbioru gazu obojętnego, który po wykropleniu pary wodnej i ponownym podgrzaniu, może znajdować się w ciągłym obiegu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Ciągły sposób wytwarzania żywic alkidowych modyfikowanych olejami lub kwasami tłuszczowymi olejów, polegający na wytworzeniu z alkoholami wielowodorotlenowymi głównie monoestrow i dalszą ich poliestryfikację z organicznym kwasem dwuzasadowym lub jego bezwodnikiem w temperaturze powyżej 200°C , **znamienny tym**, że monoestry wytworzone w dowolny znany sposób i zadane kwasem organicznym lub jego bezwodnikiem wprowadza się na gładką pochylą ogrzaną powierzchnię tworząc ciągłą ściekającą cienką warstewkę, ponad którą prowadzi się w kierunku przeciwnym gaz obojętny.
2. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, **znamienne tym**, że stanowi kolumnę złożoną z dwóch współśrodkowych rur (1, 2) umieszczonych jedna w drugiej ze spiralną taśmą (5) umieszczoną na zewnętrznej powierzchni rury wewnętrznej (2), przy czym co najmniej jedna z rur zaopatrzona jest w dowolne znane urządzenie do ogrzewania.

