

2

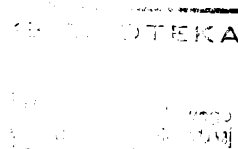
5 listopada 1932 r.

2

URZĄD PATENTOWY



Cosf 1/06



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 16697.

Kl. 39 b 22

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

39 b 4 1/06

Sposób przeprowadzania polimeryzacji styrolu, indenu, estrów winylowych i tym podobnych związków.

Zgłoszono 30 września 1931 r.

Udzielono 4 lipca 1932 r.

Pierwszeństwo: 2 października 1930 r. (Niemcy).

Polimeryzację styrolu, indenu, octanu winylowego i tym podobnych związków można przeprowadzić w prosty sposób, np. przez ogrzewanie w kotłach z dodatkiem lub bez katalizatorów. Produkt polimeryzacji otrzymuje się zależnie od kształtu kotła w postaci bloku lub w innej zbitej postaci. Nawet na gorąco materiał wyjmuje się z trudem z naczyń reakcyjnych, a przy zastosowaniu go do lakierów albo do mas tłoczonych lub do nakrapiania produkt musi się znajdować w stanie rozdrobnionym. Rozdrabnianie odbywa się zwykle zapomocą mechanicznej obróbki, jak toczenie, struganie lub mielenie. Obróbka powyższa jest

konieczna, a przytem połączona z trudnościami, ponieważ przy rozdrabnianiu materiału się nagrzewa, staje się przez to plastyczny i zanieczyszcza rozdrabniarki.

Wykryto, iż można otrzymać prostym sposobem produkty polimeryzacji w takim stanie, w którym można z łatwością proszkować, rozpuszczać, rozdrabniać, natryskiwać niemi lub walcować, jeśli mające być polimeryzowane monomery wprowadzać sposobem ciągłym do naczynia, z którego odbiera się w innym miejscu produkt spolimeryzowany znanym sposobem, mniej więcej w tym stopniu, w jakim doprowadza się monomer. Naprzykład przez wykonanie

otworu odprowadzającego w kształcie dyszy można otrzymywać bezpośrednio produkt polimeryzacji w kształcie nici, taśmy lub pręta, które po wyjściu są przez pewien czas plastyczne, dając się tem samem łatwo odprowadzać sposobem ciągłym przy pomocy cewek i tak dalej. Jeśli w miejscu odprowadzającym umieścić dyszę natryskową, produkt reakcji można wtryskiwać wprost do form.

Używane naczynie reakcyjne może składać się z rury, zaopatrzonej w przenośnik ślimakowy, albo z naczynia innego dowolnego kształtu, tak urządzonego, aby nieprzerwanie doprowadzany, np. wypompowany, niespolimeryzowany produkt nie mieszał się, albo przynajmniej tylko w niewielkim stopniu mieszał się z produktem już spolimeryzowanym. Przy zastosowaniu rur i t. d., jako naczyń polimeryzacyjnych, udaje się z łatwością odprowadzać ciepło, wywiązywane przy polimeryzacji, i w zależności od obranej temperatury i szybkości przeładunku otrzymywać całkowicie odmienne, lecz za każdym razem jednolite produkty końcowe. Ma to szczególne znaczenie przy stosowaniu produktu polimeryzacyjnego jako mas do tłoczenia lub natryskiwania.

Można w ten sposób otrzymywać, zależnie od zastosowanych temperatur polimeryzacyjnych, polistyrol o rozmaitych, dotychczas nie osiągniętych wartościach pod względem wytrzymałości, jak wynika z poniższego zestawienia.

Temperatura polimeryzacji.	Wytrzymałość na zginanie.	Wytrzymałość na zginanie przy uderzeniu.	Trwałość na ogrzanie.
70—80°C	800	25	80°C
80—90°C	750	20	76°C
90—100°C	700	14—16	70°C
120—130°C	600	8—10	68°C
140—160°C	540	6—7	60°C

Przy polimeryzacji można dodawać ka-

talizatory, środki zmiękczające, środki wypełniające i tym podobne.

Przykład I. Przez wężownicę, spiralnie nawiniętą, o pojemności 1 litra przeciska się przy ciśnieniu 30 atm pompą monomeryczny styrol, zawierający jeszcze 4% etylobenzenu oraz dodany jako środek zmiękczający 5% fosforanu trójkrezyłowego. Wężownica znajduje się w kąpieli ogrzewającej o temperaturze 150 — 160°C. Wylot posiada postać dyszy, pod którą znajduje się cewka, celem stałego odprowadzania produktu polimeryzacji. Zapomocą powyższego urządzenia przy podanych warunkach pracy można otrzymać w ciągu 24 godzin 4 — 6 kg stałego produktu polimeryzacji o następujących własnościach fizycznych: wytrzymałość na zginanie 545, wytrzymałość na zginanie przy uderzeniu 7,5, trwałość przy ogrzewaniu 62°C. Jeżeli utrzymywać temperaturę 120 — 130°C zamiast 150 — 160°C otrzymuje się polistyrol ciągliwszy, o wytrzymałości na zginanie 607, wytrzymałości na zginanie przy uderzeniu 10,1 i trwałości przy ogrzewaniu 68 — 69°. Wydajność wynosi 2 do 3 kg w przeciągu 24 godzin.

Przykład II. W pionowym kotle cylindrycznym z glinu o pojemności 200 litrów, posiadającym dopływ i odpływ oraz wężownicę do ogrzewania parą, ogrzewa się 30 kg styrolu przy 140 — 150°C tak długo, aż się otrzyma gęstą papkę. Następnie doprowadza się co godzinę około 10 kg styrolu, dopóki kocioł napełni się do połowy. Od tego czasu można pracować sposobem ciągłym, doprowadzając co godzinę u góry 10 kg styrolu i odbierając na dole odpowiednią ilość polistyrolu. Jeśli w tej samej aparaturze pracuje się w niższych temperaturach, należy wężownicę umieszczoną w kotle zależnie od potrzeby chłodzić w odpowiedni sposób.

Polimeryzacja trwa przytem odpowiednio dłużej i przy postępowaniu przy 100°C otrzymuje się na dobę tylko 0,8 części obje-

tości kotła polistyrolu. Przez dodanie środków przyspieszających, na przykład nadtlenu benzoylowego, można osiągnąć większą przeróbkę bez szkody dla własności otrzymanego produktu. W tym przypadku dobrze jest umieścić w kotle kilka węzownic ogrzewających oddzielnie jedną nad drugą. Okazało się w dalszym ciągu, iż dobrze jest w celu utrzymywania pożądanego ruchu ciągłego utrzymywać w górnej części kotła żadaną niską temperaturę polimeryzacji, np. 70 — 80°C. Dolne węzownice ogrzewające utrzymuje się przy wyższych temperaturach, tak iż przy otworze wyjściowym całkowicie spolimeryzowany polistyrol jest dostatecznie plastyczny, celem umożliwienia odbierania produktu. W ten sposób osiąga się pracę absolutnie pewną w ruchu, ciągłą i bez przeszkód. Odpowiednie urządzenie do przeprowadzenia postępowania ciągłego podano na załączonym rysunku.

Cylindryczny, na dolnym końcu stożkowy kocioł *a*, w którym znajdują się węzownice ogrzewające *b*, połączony jest u dołu z rurą ogrzewaną *c*, w której znajduje się ślimacznica transportowa *d*. Rura *c* posiada przy wylocie szczelinę, przez którą wyciska się gorący, plastyczny polistyrol, odbierany zapomocą pasa okrężnego.

Zamiast styrolu można w podobny technicznie prosty sposób przeprowadzić w produkty polimeryzacji pochodne styrolu, octan winylowy i podobne środki, ulegające polimeryzacji, jak kwas akrylowy i jego pochodne.

Przykład III. Do autoklawu wprowadza się styrol i polimeryzuje przy 100°C. Otwór wyjściowy ma kształt szczeliny, którą tak samo jak dolną część kotła można

podgrzewać do 180 — 200°C, celem nadawania materiałowi plastyczności. Dla przeprowadzenia ciągłej polimeryzacji podnosi się w kotle ciśnienie mniej więcej do 20 atm i wprowadza monomeryczny styrol w miarę tego, jak wyciska się styrol spolimeryzowany. Wylot dla spolimeryzowanego styrolu można zaopatrzyć w ogrzewany kurek dla regulowania ilości wychodzącego produktu. Przed wylotem umieszcza się formy, do których wtlacza się jeszcze plastyczny spolimeryzowany styrol. W ten sposób można otrzymywać przedmioty ukształtowane. Można również wprowadzić jeszcze plastyczny spolimeryzowany styrol do urządzeń wyciskających, z których następnie wyciska się produkt polimeryzacji, albo pozwala się otrzymanemu produktowi zestalić się, a następnie rozdrabnia się go i wprowadza do urządzeń, z których się go wyciska, celem dalszej przeróbki.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób przeprowadzania polimeryzacji styrolu, indenu, estrów winylowych i tym podobnych związków przez ogrzanie, znamienny tem, że poddawany polimeryzacji monomeryczny produkt wyjściowy wprowadza się sposobem ciągłym do naczynia, z którego produkt spolimeryzowany odprowadza się mniej więcej w takiej samej mierze, w jakiej doprowadza się produkt wyjściowy, przyczem otrzymany produkt ewentualnie wtlacza się do form.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.

