

10 grudnia 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



CADc 3/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 9167.

Kl. 23 b 3.

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

Sposób uszlachetniania wosku ziemnego.

Zgłoszono 6 września 1927 r.

Udzielono 10 lipca 1928 r.

Pierwszeństwo: 13 września 1926 r. dla zastrz. 1, 2; 21 stycznia 1927 r. dla zastrz. 3 (Niemcy).

Znanym jest już sposób uszlachetniania własności wosku ziemnego (wosk wydobywany z lignitów żywicznych) w drodze poddania go w stanie surowym, lub po wydzieleniu zeń żywicy, działaniu kwasu chromowego, albo mieszanin zawierających tenże, w obecności krystalicznego kwasu octowego.

Pokazało się jednak, zgodnie z niniejszym wynalazkiem, że bielenie kwasem chromowym w obecności kwasu octowego szczególnie jest skuteczne, jeżeli do krystalicznego kwasu octowego dodamy niewielką ilość kwasu siarkowego, lub kwaśnych soli, albo razem jedno i drugie. Dzięki tym dodatkom otrzymuje się produkt prawie zupełnie biały, bez szkody dla jego charakteru woskowego. Produkt ten

można mieszać z innymi woskami, lub ciałami woskowymi, a mianowicie powstającymi przez utlenienie węglowodorów parafinowych.

Przy obróbce powyższej, stężony kwas siarkowy nie wywołuje ani zwęglania ani zmydlenia wosku ziemnego, co uszkodziłoby najcenniejsze jego własności.

Surowy wosk ziemny zawiera oprócz estrów woskowych, stanowiących główną jego wartość a jednoznacznych z woskiem Carnaubskim, kwasy żywiczne, kwasy tłuszczowe i t. d., które obniżają jego gatunek. Kwasy te znajdują się także w wosku ziemnym bielonym zapomocą kwasu chromowego w obecności krystalicznego kwasu octowego. W jeszcze większej ilości znajdują się one w woskach oczyszczonych

sposobami dawnymi, czy to zapomocą destylacji, czy bielenia kwasem chromowym w roztworze rozwodnionego kwasu siarkowego, chlorem, lub na powietrzu w obecności kwasu azotowego i t. d., które wywołują obfite zmydlanie wosku. Produkty tego rodzaju, bardzo bogate w wolne kwasy organiczne, mają skłonność do krystalizowania w preparatach, do których przygotowania one służą, np. jak pasty do obuwia, wosk do posadzek i t. d.

Znaleziono, że zapomocą działania na wosk ziemny gorącym, stężonym kwasem octowym, można łatwo oddzielić cenne estry woskowe od kwasów. W ten sposób można oddzielić z wosku ziemnego surowego, lub oczyszczonego z żywicy, albo mniej czy więcej zmydlonego, zwłaszcza przez bielenie kwasem chromowym w roztworze rozwodnionego kwasu siarkowego, lub z wosku ziemnego, który przeszedł jakąkolwiek inną czynność przygotowawczą, wosk niezmydlony od innych części składowych (kwasy żywiczne, kwasy tłuszczowe i temu podobne).

Otrzymuje się wosk o znakomitych własnościach, stosując do oddzielenia zapomocą stężonego kwasu octowego, wosk ziemny bielony sposobem opisanym wyżej.

W ten sposób unika się również niedogodności, jakie przedstawiają woski ziemne bielone i bardzo bogate w wolne kwasy organiczne a mianowicie ich skłonności do krystalizowania, zamieniając grupy karboksylowe tych kwasów, w całości lub częściowo, w sole lub inne związki zawierające grupę CO. Można zwłaszcza przetworzyć kwasy w ich sole zasadowe, lub zeteryzować je w całości lub częściowo, zapomocą alkoholu, zwłaszcza alkoholu etylowego, glikolu etylowego albo butylowego, gliceryny i temu podobnych, albo przemienić je w całości, lub częściowo w amidy lub w ich produkty podstawienia, lub w ketony, w bezwodniki i t. d.

Nowe produkty, otrzymane w ten sposób, nie posiadają wskazanych niedogodności i można posługiwać się nimi z wielką korzyścią, dzięki łatwości ich emulsjowania.

Przykład I. 500 g wosku ziemnego, surowego lub oczyszczonego z żywicy, nagrzewa się z mniej więcej 1 kg krystalicznego kwasu octowego po dodaniu do niego 10—20 cm³ stężonego kwasu siarkowego. Następnie, przy ustawicznym gotowaniu, do mieszaniny tej wlewa się powoli 500 g możliwie stężonego wodnego roztworu kwasu chromowego, przyczem zaleca się mieszanie, nawet przez czas jakiś po dodaniu kwasu chromowego. Wreszcie wylewa się wszystko do ciepłej wody i po ostygnięciu wyjmuje wybielone kawałki wosku.

Można postępować tak samo, posługując się np. dwusiarczanem.

Przykład II. Surowy wosk ziemny ekstrahuje się krystalicznym kwasem octowym w przyrządzie Soxhleta. Osad wzbogaca się tym sposobem w estry woskowe, podczas gdy zawartość kwasów i składników barwiących zmniejsza się.

Przykład III. 500 g wosku ziemnego surowego lub oczyszczonego z żywicy bieli się we wrzącym krystalicznym kwasie octowym z dodatkiem 10—20 cm³ stężonego kwasu siarkowego zapomocą stężonego wodnego roztworu około 500 g kwasu chromowego, następnie mieszaninę chłodzi się. Wybielony wosk zbiera się nad ługiem kwaso-octowym, zawierającym kwasy tłuszczowe i można zdjąć go w postaci masy żółto-zielonkawej. Aby wydzielić sole chromowe i kwasy organiczne, które mogły pozostać w wosku, gotuje się go jeszcze raz z krystalicznym kwasem octowym dodaje nieco wapna i znowu ochładza jak można najwolniej. Wosk, który się wydziela, można poddać działaniu wrzącej czystej wody i wtedy jest już tylko bardzo słabo zabarwiony. Po rozcieńcze-

niu wodą roztworu octowego, osadza się produkt składający się po większej części z kwasu montanowego.

Przykład IV. 500 g wosku ziemnego surowego lub oczyszczonego z żywicy, nagrzewa się z mieszaniną 700 cm³ stężonego kwasu siarkowego i 2 litrów wrzącej wody, poczem dodaje powoli 700 g kwasu chromowego w stężonym roztworze wodnym. Po długim mieszaniu, wylewa się do gorącej wody, po ochłodzeniu filtruje produkt wybielony ale silnie zmydlony. Gotując go z 5 litrami krystalicznego kwasu octowego i ostrożnie ochładzając, można wydzielić wosk niezmydlony, który tworzy stwardniałą warstwę nad roztworem octowym. Oczyszczony tym sposobem wosk, po przemyciu wodą i stopieniu w próżni, wykazuje punkt topliwości 88—89°.

Produkt, który się wydzielił przy ochłodzeniu z krystalicznego kwasu octowego w stanie bardzo rozdrobionym (a składa się głównie z kwasu montanowego), można odessać; po przemyciu i stopieniu w próżni, wykazuje on punkt topliwości 81—83°.

Przykład V. 100 kg wosku ziemnego, bielonego działaniem kwasu chromowego, poddaje się w temperaturze około 110 — 120° działaniu roztworu 2 kg węgla sodu lub potasu żrącego w 5 litrach wody, aż do zupełnego wyparowania wody, albo nagrzewa się je w autoklawie z 25 kg gliceryny o temperaturze około 200° do przynajmniej częściowej estryfikacji gli-

ceryny albo nagrzewa się w autoklawie przez 5 godzin w temperaturze około 200° z gazem amonjakalnym w celu otrzymania amidów kwasów. We wszystkich tych wypadkach otrzymuje się wosk, który nie wykazuje już skłonności krystalizacji i daje dobre połączenia przy użyciu go np. do przygotowania past do obuwia, wosków do posadzek i t. d.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób uszlachetnienia wosku ziemnego, znamieny tem, że wosk ziemny surowy lub pozbawiony żywicy poddaje się działaniu kwasu chromowego w obecności krystalicznego kwasu octowego i niewielkich ilości kwasu siarkowego, lub soli kwaśnych, albo obu tych związków.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że wosk ziemny surowy, pozbawiony żywicy, bielony, albo uprzednio poddany jakiegokolwiek innemu działaniu, poddaje się działaniu gorącego, stężonego kwasu octowego.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że grupy karboksylowe zawartych w wosku ziemnym wolnych kwasów organicznych przetwarza się w całości lub częściowo w sole lub inne związki zawierające grupę CO.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.