



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209029  
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 16 01 80  
(21) (PV 325-80)

(40) Zveřejněno 30 01 81

(45) Vydáno 01 02 84

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 08 F 240/00

(75)  
Autor vynálezu

ALIEV SACHIB MUSEIB ogly, ALIEV VAGAB SAFAROVICH, GÄDŽIEV  
TOFIK ABBASOVICH, ISMAILOV ALI RUSTAM ogly, GASANOV ARIF  
IBADULLA ogly a GUSEINOV VAGIF BALA GUSEIN ogly, BAKU (SSSR)

### (54) Způsob výroby polymerních ropných pryskyřic

Vynález se týká způsobu výroby polymerních ropných pryskyřic. Nejúspěšněji se způsob podle vynálezu může používat při výrobě nátěrových hmot, složek pro elektroizolace, jakož i plastických a pryžových hmot.

Přesto že je syntéza pryskyřic z petrochemických surovin poměrně dlouho známa a má široké použití v chemickém průmyslu, je technologie umožňující získání levných, kvalitních, polymerních pryskyřic s velkým výtěžkem ještě dnes problémem.

Byly prováděny pokusy řešit stávající problém volbou iniciátoru polymerace, jakož i výrobních postupů technologického procesu, ale dosažení pozitivních výsledků jedním směrem (například zvětšení výtěžku cílového produktu) bylo zpravidla provázáno omezením ostatních hodnot technologie a vlastností pryskyřic (například zhoršením rozpustnosti, zvýšením křehkosti apod.). Zejména jsou známy způsoby výroby ropných pryskyřic, které spočívají na termické, popřípadě katalytické iniciaci polymerace.

Jeden z dosud známých způsobů výroby pryskyřic z ropných produktů polymerací nenasycených uhlovodíků produktů pyrolysy jejich zahříváním (termická iniciace) probíhá malou rychlostí a vyznačuje se nízkými výtěžky cílového produktu (viz např.: W. S. Alijew, N. B. Atlmann „Syntetickýeski-

je smoly iz neftjanogo syrja“ (synthetické pryskyřice z petrochemických surovin), nakladatelství Chemie, Moskva, 1965, str. 89). K urychlení polymerace při termické iniciaci je potřebné zvýšení teploty na 250 až 280 °C, což má za následek rapidní snížení kvality vyrobené pryskyřice, spočívající ve snížení relativní molekulové hmotnosti, jakož i ve zpřeskyřičnatění, které v důsledku v produktu obsažených, těžko odstranitelných dimerů, trimerů, kodimerů, kotrimerů, cyklodienů a arylalkenů vedou k získání tmavých pryskyřic. Pryskyřice tímto způsobem vyrobené mají ostrý, nepříjemný pach. Z tohoto důvodu našel v průmyslu použití pouze způsob termické polymerace frakcí kapalných pyrolysních produktů s obsahem styrenu s teplotou varu 140 až 200 °C, a to ještě ve velmi omezené míře. Při provádění tohoto způsobu je výtěžek pryskyřice pod 6 % (přepočteno na kapalně výchozí produkty pyrolysy) a získané polystyrenové pryskyřice se vyznačují zvýšenou křehkostí, jsou nerozpustné v nejedovatých rozpouštědlech (lakovém benzínu) a je u nich zapotřebí plastifikace.

Dále je znám způsob polymerace kapalných pyrolysních produktů za použití iniciátorů polymerace. Podle této technologie se při polymeraci úzkých a širokých alkenylaromatických frakcí, které vrou při teplotě 100 °C, používají jako

iniciátory polymerace organické peroxidy (viz P. G. Ismajlow, G. M. Mamedalijew, S. M. Alijew „Issledovanije sostawa i prevrasčeniya produktow vysokotemperaturnogo raspada uglevododorow nefti“ (Zkoušky složení a reakce produktů rozkladu ropných uhlovodíků za vysoké teploty), Baku, 1968, str. 302–364).

Ve srovnání s termickou polymerací umožňuje použití iniciátorů polymerace provádět polymeraci při mírných teplotách 80 až 140 °C, zvýšit výtěžky pryskyřic o 1,5 až dvojnásobek za současného zvýšení relativní molekulové hmotnosti pryskyřic na 15 až 30 tisíc při současném podstatném zlepšení zbarvení pryskyřic. Popsaným způsobem vyrobená pryskyřice má však určité nevýhody, jako špatnou rozpustnost v nejedovatých alifatických rozpouštědlech, zvýšenou křehkost a nutnost plastifikace. Mimo to se její neschopností k oxidační polymeraci v tenké vrstvě a špatnou snášenlivostí s rostlinnými tuky omezuje možnost jejího použití jako filmotvorné látky v průmyslu laků a barev.

Výše popsané způsoby umožňují získat při polymeraci pyrolysních frakcí s obsahem diencyklodienů pryskyřice složené v podstatě z dimerů, trimerů, kodimerů, kotrimerů, dienů a cyklodienů, které však mají nevýhody, jako tmavou barvu, vysokou křehkost, ostrý nepříjemný zápach a neschopnost vysušení v povlacích.

Pro jmenované nevýhody nenalezly tyto pryskyřice použití v průmyslu laků a barev. Katalytická polymerace nenasycených frakcí kapalných produktů pyrolysy v přítomnosti Friedel-Kraftsova katalysátoru (halogenidy kovů a jejich komplexní sloučeniny) a i v přítomnosti fluorovodíku, bortriflouridu, kyseliny sírové a fosforečné apod. je podrobně prozkoumána.

V průmyslovém měřítku se používají způsoby výroby ropných pryskyřic polymerací alkenylaromatických, popřípadě dienolefinických frakcí kapalných produktů pyrolysy. Katalytická polymerace nenasycených pyrolysních frakcí se provádí při poměrně vysokých teplotách, 20 až 120 °C. Výtěžek pryskyřice je zpravidla vyšší než při způsobu iniciované a termické polymerace, což je způsobeno účastí nejen alkenylaromatických a dienových monomerů na polymerační reakci, ale i olefiny obsaženými ve výchozí látce.

Způsoby katalytické polymerace frakcí kapalných pyrolysních produktů v přítomnosti Friedel-Kraftsova katalysátoru však mají celou řadu nevýhod, z nichž je možno především uvést:

- nutnost pečlivého sušení suroviny,
- ohrožení zařízení korozí,
- vznik znečištěných odpadních vod, které se těžko čistí,
- vznik stále emulze během neutralisace a praní polymerů, jejíž rozpad souvisí s velkými potížemi,
- nízká kvalita získané pryskyřice, jako tmavá barva, nepříjemný zápach, velmi nízká relativní molekulová hmotnost (ne vyšší než 100), křehkost a špatná možnost sušení povlaku získaného

na basi této pryskyřice, zvýšený obsah popele a kyselosti, jakož i nedostatečná odolnost proti vodě a chemikáliím.

Procesy katalytické polymerace nenasycených frakcí kapalných pyrolysních produktů se tedy vyznačují složitostí technologie a nízkou kvalitou získané pryskyřice.

Pryskyřice získané katalytickou polymerací alkenylaromatických frakcí, ani ty, které se získají iniciovanou a termickou polymerací, není možné rozpouštět v nejedovatých alifatických rozpouštědlech.

Pryskyřice rozpustné v alifatických rozpouštědlech se mohou získat z dienolefinických frakcí technologií ještě komplikovanější, která předpokládá předchozí odstranění cyklodienů ze suroviny nebo použití zvláštních přísad, obsahujících dusík nebo kyslík, ke katalysátoru Friedel-Kraftsovu, což přispívá k dalšímu znečišťování odpadních vod a ke komplikaci jejich čištění. Pryskyřice získané tímto způsobem obsahují dimery, trimery, kodimery a kotrimery, které pryskyřicím a z nich vyrobeným povlakům propůjčují nepříjemný zápach a jedovatost. Povlaky vyrobené na basi zmíněných pryskyřic se vyznačují mimořádně malou stálostí vůči povětrnosti.

Podle našeho názoru je nejslibnější způsob výroby, u kterého se předpokládá polymerace kapalných produktů pyrolysy ropných uhlovodíků při jejich zahřívání v přítomnosti iniciátoru polymerace, jakož i následné oddělení konečného produktu (viz. SSSR autorské osvědčení č. 138 377). Podle tohoto způsobu se jako frakce o teplotě varu 110 až 190 °C používají produkty pyrolysy ropných uhlovodíků. Během polymerace se jako iniciátory polymerace používají peroxidové sloučeniny, například peroxid, hydroperoxid, jako kumanylhydroperoxid. Získané ropné pryskyřice jsou kopolymery styrenu, methylstyrenu, benzo-cyklopentadienu a představují konečný produkt. Získaný konečný produkt se oddělí buď vysrážením pryskyřice z polymeru v heptanu, popřípadě petroletheru, nebo oddestilováním nezpolymerovaných uhlovodíků přehřátou párou.

Ve srovnání s výše popsaným způsobem má tato technologie přednost, poněvadž při ní nejsou zapotřebí žádné vysoké teploty jako při termické iniciaci a neprovází ji velké množství odpadních produktů jako při katalytické iniciaci. Avšak i tento způsob má některé podstatné nevýhody. Zejména se mohou k provádění způsobu používat pouze frakce s teplotou varu 110 až 190 °C, čímž se omezuje výtěžek konečného produktu a celková hospodárnost technologie. Ke znázornění a potvrzení zmíněného nedostatku stačí provést reakci výchozích produktů na polymerní pryskyřici. Z kapalných produktů petrochemických surovin z pyrolysy se rektifikací při atmosférickém tlaku oddestilují frakce s teplotou varu až 110 °C a pak se ze zbytku vakuovou rektifikací oddestilují frakce s teplotou varu 110 až 190 °C. Výtěžky zmíněných frakcí z kapalných produktů pyrolysy plynů činí 16

až 18 hmot. %, z kapalných produktů pyrolysy benzínu 20 až 22 hmot. % a z kapalných produktů pyrolysy frakce petrolej-plynový olej činí 18 až 20 hmot. %. Frakce s teplotou varu 110 až 190 °C obsahuje 25 až 35 hmot. % styrenu a methylstyrenu, 20 až 35 hmot. % indenu a methylindenu, jakož i 30 až 50 hmot. % aromatických uhlovodíků ( $C_8-C_9$ ). Dieny a cyklodieny ve zmíněné frakci chybí. Výtěžek ropných pryskyřic z frakce o teplotě varu 100 až 190 °C je 20 až 30 hmot. % a z kapalných výchozích pyrolysních produktů 4 až 6,2 hmot. %. Pryskyřice získané tímto způsobem se vyznačují zvýšenou relativní molekulovou hmotností (15 až 40 tisíc), teplotou měknutí zvýšenou (130 až 140 °C), křehkostí, špatnou přilnavostí na různých površích, nízkou rázovou houževnatostí, jakož i nedostatečnou pevností v ohybu povlaků vyrobených na jejich basi. Tyto pryskyřice jsou rozpustné v jedovatých aromatických rozpouštědlech, popřípadě ve směsích s alifatickými rozpouštědly. V čistých nejedovatých alifatických rozpouštědlech jsou nerozpustné. Pryskyřice získané popsaným způsobem, stejně jako zahuštěné rostlinné oleje, nemají schopnost oxidační polymerace v tenkých vrstvách. Mimo to se špatně snášejí se zahuštěnými rostlinnými oleji. Omezené použití těchto pryskyřic jako součástí nátěrových hmot je možné po jejich předběžné plastifikaci za použití nákladných plastifikačních prostředků (dibutylsteru kyseliny ftalové, chlorovaného parafinu ap.). Jmenované nevýhody jsou podmíněny monomerním složením surovin a používáním pouze organických peroxidů jako iniciátorů polymerace, čímž se získává pryskyřice obohacená styrenem.

Je třeba také poznamenat, že se reakční směs musí polymerovat 70 až 120 hodin. Přirozeně taková doba prodloužení přispívá k podstatnému poklesu produktivity a ke komplikovanosti přístrojového vybavení technologického procesu. Pokusy o zlepšení popsané technologie zvýšením teploty reakční směsi, neměly žádoucí úspěch, poněvadž relativně malé zvýšení reakční rychlosti mělo za následek nadměrně velkou specifickou spotřebu energie. Mimo to je tento způsob spojen s podstatnou komplikovaností technologického zařízení, jakož i s poklesem kvality a výtěžku polymerní pryskyřice. Souhrn jmenovaných okolností zpochybňuje hospodářskou účelnost řešení stávajícího rozporu jednoduchou změnou technologických podmínek. Jmenovaný souhrn okolností je také dán omezeností base výchozích látek (možnost použití frakcí pouze s teplotou varu 110 až 190 °C).

Účelem vynálezu je odstranění jmenovaných nevýhod, zvýšení produktivity výroby pryskyřic, jakož i výtěžku konečného produktu a zlepšení kvality polymerních ropných pryskyřic.

Vynález má za úkol, rozšířením počtu výchozích látek, jakož i změnou iniciátoru polymerace zvýšit reakční rychlost bez podstatného zvýšení teploty a tím výrobní technologii a její konečný produkt zlevnit.

Daný úkol se řeší tím, že se při způsobu výroby polymerních ropných pryskyřic polymerací kapalných produktů pyrolysy ropných uhlovodíků za jejich zahřívání v přítomnosti iniciátoru polymerace obsahujícího alespoň jednu organickou peroxidovou sloučeninu s následným vyloučením žádaného produktu, podle vynálezu použijí frakce s teplotou varu 110 až 190 °C, jako kapalně produkty pyrolysy ropných uhlovodíků, a během polymerace se použije iniciátor polymerace obsahující alespoň jednu kovovou sůl organické kyseliny. Jako „organická peroxidová sloučenina“ se zde a dále myslí organické peroxidy, hydroperoxidy, peroxidové deriváty karbonylových sloučenin, peroxyestery, diacylperoxidy a peroxokyseliny. Kovová sůl, popřípadě sůl organické kyseliny jako součást polymeračního iniciátoru umožňují rozšíření počtu výchozích látek (polymeraci frakcí s teplotou varu 10 až 190 °C) a současně ve srovnání se známými analogickými procesy více jak pětinasobné zkrácení doby polymerace bez zvýšení specifické spotřeby energie. Tato skutečnost přispívá také k podstatnému zvýšení výtěžků cílového produktu (2,5 násobnému). Při použití technologie podle vynálezu je pozitivní účinek jasný již ve stadiu vylučování výchozích látek plným využitím ropných produktů, jakož i ve zjednodušení technologie. Frakce s teplotou varu 10 až 190 °C se oddělují zejména z kapalných pyrolysních produktů jedinou destilací. Výtěžek těchto frakcí je asi 90 hmot. % kapalných produktů pyrolysy benzínu, 70 až 75 hmot. % kapalných produktů pyrolysy plynů a 65 až 70 hmot. % kapalných produktů pyrolysy frakcí petrolej-plynový olej.

Frakce s teplotou varu 10 až 190 °C obsahuje 6,7 hmot. % diolefinů, 2 až 4 hmot. % cyklodienů, 2 až 6 hmot. % monoolefinů, 16 až 20 hmot. % arylalkenů (styren, inden; jakož i jejich alkylderiváty), 66 až 71 hmot. % aromatických uhlovodíků, 0 až 3 hmot. % parafinů a naftenů.

Ropné pryskyřice získané podle vynálezu se vyznačují nízkou relativní molekulovou hmotností (1,0 tisíc proti 15 až 25 tisícům podle prototypu) a nízkou teplotou měknutí, 55 až 65 °C proti 130 až 140 °C podle prototypu, což přispívá ke zjednodušení technologie manipulace, vážení a rozpouštění v lakovém benzínu.

V důsledku přítomnosti reaktivních ethylenových sloučenin vykazují pryskyřice vyrobené způsobem podle vynálezu ve srovnání s pryskyřicemi získanými dosavadním způsobem dobrou schopnost schnutí v tenké vrstvě, přičemž se tvoří tvrdé, elastické, rázuvzdorné, proti vodě a světlu odolné povlaky s dobrou přilnavostí na kov, sklo, dřevo, beton a pod.

Jako iniciátor polymerace je účelné používat směs organické peroxidové sloučeniny a kovové soli organické kyseliny, kterých se používá ve hmotnostním poměru 1 : 1 až 19 : 1. Nejznatelnější účinek je při zachování jmenovaného poměru.

Zmíněný iniciátor polymerace se do reakční směsi vnáší výhodně v množství 0,2 až 2,0 hmot. %.

Nedodržení tohoto parametru vede buď ke snížení kvality pryskyřic a materiálů vyrobených na jejich basi, nebo k vyloučení možnosti získat eventuální výhody ve srovnání se známými analogickými výrobními technologiemi.

Jako kovová sůl organické kyseliny se může používat sůl alkalického kovu anebo kovu alkalické zeminy anebo kovu proměnného mocenství naftenové, popřípadě mastné kyseliny, aromatické, popřípadě nenasycené kyseliny, popřípadě

Je žádoucí, aby iniciátor polymerace použitý při polymeraci navíc ještě obsahoval směs solí alkalického kovu a kovu proměnného mocenství.

Jako kapalné produkty pyrolysy ropných uhlovodíků je účelné používat směs frakcí s teplotou varu 20 až 65 °C a frakce s teplotou varu 130 až 190 °C. V takovém případě je zajištěn pokud možno největší výtěžek.

Během polymerace jmenované směsi frakcí je účelné používat iniciátor polymerace obsahující organickou peroxidovou sloučeninu a kovovou sůl organické kyseliny ve hmotnostním poměru 1 : 1 až 5 : 1.

Je také možná jiná modifikace způsobu, podle které se jako kapalné produkty pyrolysy ropných uhlovodíků používají frakce s teplotou varu 130 až 190 °C.

Při polymeraci frakcí s teplotou varu 130 až 190 °C je vhodné používat iniciátor polymerace, který obsahuje organickou peroxidovou sloučeninu a kovovou sůl organické kyseliny ve hmotnostním poměru 10 : 1 až 19 : 1.

### Příklady provedení

K provádění způsobu podle vynálezu výroby polymerních ropných pryskyřic se používá o sobě známý reaktor (autokláv), který má dutý, hermeticky uzavřený plášť, míchadlo a topné zařízení. Míchadlo je vytvořeno jako svisle umístěný a s otáčivým pohonem spojený hřídel s lopatkami. Při širokém průmyslovém použití způsobu je účelné používat o sobě známou reakční věž, do které se vnese směs kapalných pyrolysních produktů a iniciátoru polymerace. V takové reakční věži probíhá kontinuálně polymerace a odvádění vyrobeného produktu.

Způsob výroby polymerních ropných pryskyřic podle vynálezu spočívá v následujícím.

Jako výchozí látka se používají kapalné produkty pyrolysy ropných uhlovodíků, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Zmíněné frakce se s iniciátorem polymerace smíchají tak, aby jeho obsah v reakční směsi byl 0,2 až 2 hmot. %. Jako iniciátoru polymerace se podle vynálezu používá alespoň jedné organické peroxidové sloučeniny a alespoň jedné kovové soli organické kyseliny. Organická peroxidová sloučenina a kovová sůl organické kyseliny jsou v iniciátoru polymerace obsaženy ve hmotnostním poměru 1 : 1 až 19 : 1. Jako organická peroxidová sloučenina se používají organické peroxidy, hydroperoxidy, peroxidové

deriváty karbonylových sloučenin, perestery, dialcelperoxidy, peroxokyseliny, jakož i jejich směsi.

Jako kovová sůl organické kyseliny se podle vynálezu používá sůl alkalického kovu, kovu alkalické zeminy nebo kovu s proměnnou valencí a organické kyseliny, jako kyseliny naftenové, popřípadě mastné, aromatických nebo nenasycených kyselin, jakož i jejich směsi.

Podle jedné varianty způsobu obsahuje iniciátor polymerace, používaný při polymeraci, směs solí alkalického kovu a kovu s proměnnou valencí.

Homogenní reakční směs se zahřeje na teplotu 60 až 250 °C a při této teplotě se udržuje 3 až 25 hodin. Během doby prodloužení nastává polymerace pyrolysních produktů za vzniku polymerní ropné pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací přehřátou vodní párou, rektifikací s následnou destilací v odpařovači s tenkou vrstvou, popřípadě sedimentací pryskyřice působením alkoholů. Polymerní pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt technologie a může se používat jako součást nátěrových hmot, jako pojídlo teplem tvrditelných soustav, při výrobě ztužených plastických hmot s obsahem plnidel a také pro elektroisolační a protikorozevní nátěry podkladů z různých materiálů.

Podle přednostní modifikace způsobu se používá směs frakcí s teplotou varu 20 až 65 °C a frakcí s teplotou varu 130 až 190 °C jako výchozí látka. Přitom se polymerace provádí v přítomnosti iniciátoru polymerace, ve kterém jsou obsaženy organická peroxidová sloučenina a kovová sůl organické kyseliny ve hmotnostním poměru 1 : 1 až 5 : 1.

Podle jiné modifikace způsobu se jako výchozí látka používají frakce s teplotou varu 130 až 190 °C. Při tom se polymerace provádí v přítomnosti iniciátoru polymerace, ve kterém jsou organická peroxidová sloučenina a kovová sůl organické kyseliny obsaženy ve hmotnostním poměru 10 : 1 až 19 : 1.

Polymerní ropné pryskyřice získané tímto způsobem byly zkoušeny, přičemž byly stanoveny jejich relativní molekulová hmotnost, teplota měknutí, jakož i číslo barevnosti podle jodové barevné stupnice.

Způsob stanovení čísla barevnosti podle jodové stupnice:

Způsob spočívá ve srovnávání barvy zkoušeného materiálu se srovnávacími roztoky jodové barevné stupnice, která představuje sadu skleněných ampulek s roztoky jodu různé koncentrace v roztoku jodidu draselného.

K výrobě srovnávacích roztoků jodové barevné stupnice se naváží 0,25; 0,50; 1; 2; 3; 4; 5; 7; 10; 15; 20; 30; 40; 60; 80; 100; 130; 160; 200; 220; 250; 280; 300; 400; 500; 700; 800; 1100; 1400; 1600; 1800; 2000; 2400 mg jodu a tyto navážky se rozpustí ve 100 ml 0,5 N roztoku jodidu draselného. Vyrobené srovnávací roztoky se naplní do čistých suchých ampulí, které se pak zataví. Ampu-

le se vloží do zvláštní krabice s otvory a na ampule se napíše čísla jodové barevné stupnice, která odpovídají množství jodu obsaženého ve 100 ml 0,5 N roztoku jodidu draselného.

5 ml zkoušeného materiálu se dá do čisté, suché zkumavky, umístí se ve stativu mezi dvě ampule se srovnávacím roztokem a v procházejícím světle se proti mléčné zbarvenému pozadí vizuálně stanoví, které stupnicové ampuli odpovídá barva zkoušeného materiálu.

Číslo barevnosti zkoušeného materiálu se určuje množstvím jodu v mg, které je obsaženo ve 100 ml srovnávacího roztoku, který má stejnou barvu jako zkoušený materiál. Jestliže barva zkoušeného materiálu neodpovídá žádné barvě srovnávacích roztoků, mezi kterými je materiál umístěn, stanoví se jeho číslo barevnosti dvěma vedle něho jsoucími srovnávacími roztoky, mezi kterými je zkoušený materiál umístěn.

Pryskyřice získaná způsobem podle vynálezu není rozpustná jen v jedovatých rozpouštědlech, ale i v rozpouštědlech nejedovatých, jako v lakovém benzínu, v solventnaftě a v jejich směsi.

Lakový benzin (rozpuštěcí benzin pro průmysl barev a laků) představuje úzkou, vysokovroucí benzinovou frakci přímé destilace.

Lakový benzin má následující hodnoty:

|                                              |       |
|----------------------------------------------|-------|
| Hustota při teplotě 20 °C, g/cm <sup>3</sup> |       |
| nejvýše                                      | 0,795 |
| začátek varu °C, nejvýše                     | 165   |
| prchavost (podle xylenu)                     | 3–4,5 |
| teplotu vzplanutí (v uzavřeném kelímku), °C  |       |
| nejméně                                      | 33    |
| obsah aromatických uhlovodíků, %             |       |
| nejvýše                                      | 16    |

Solventnafta představuje směs aromatických uhlovodíků benzenové řady, které se získají při pyrolyse ropných frakcí.

Je to bezbarvá, popřípadě při teplotě 25 ± 5 °C průhledná kapalina, která neobsahuje žádné vznášející se, popřípadě na dně nádoby usazené příměsi nebo i vodní kapky.

Hustota při teplotě 20 °C, g/cm<sup>3</sup>

|                                             |       |
|---------------------------------------------|-------|
| nejméně                                     | 0,848 |
| prchavost podle xylenu, nejvýše             | 2     |
| teplota vzplanutí (v otevřeném kelímku), °C |       |
| nejméně                                     | 17    |

Relativní viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu se zjišťuje následovně:

Jako relativní viskozita nátěrových hmot vykazujících volnou možnost toku platí nepřerušovaná doba výtoku (v sekundách) určitého objemu zkoušeného materiálu kalibrovanou výtokovou trubicí viskosimetru.

Viskosimetr se pomocí stavěcích šroubů stativu postaví tak, aby jeho horní okraj byl ve vodorovné poloze. Pod výtokovou trubicí viskosimetru se postaví nádoba obsahu alespoň 110 ml. Otvor výtokové trubice se dole zakryje prstem. Do viskosimetru se zkoušený materiál dá v přebytku, tak, aby se nad horním okrajem viskosimetru vytvořil konvexní meniskus. Přebytek materiálu

a vzniklé vzduchové bubliny se odstraní pomocí skleněné destičky nebo skleněné tyčinky, s kterými se pohybuje ve vodorovném směru po vrchním okraji viskosimetru. Potom se otvor výtokové trubice otevře a současně se začátkem vytékání zkoušeného materiálu z tohoto otvoru se spustí stopky. V okamžiku prvního přerušení paprsku zkoušeného materiálu se stopky zastaví a odečte se doba vytékání s odchylkou ne více jak 0,2 s.

Pro velikost relativní viskozity  $X$  v sekundách se bere aritmetický střed tří paralelních stanovení doby výtoku zkoušeného materiálu a vypočítá se podle následujícího vzorce:

$$x = t \cdot k$$

kde značí

$t$  – aritmetický střed doby výtoku zkoušeného materiálu,

$k$  – korekční faktor viskosimetru.

Připustné odchylky jednotlivých stanovení doby výtoku od jejich střední hodnoty by neměly překročit ±2,5 %.

K nanášení povlaků na zkušební vzorek se používá 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Získané povlaky byly zkoumány a zkoušeny dále uvedenými způsoby.

Způsob ke zjištění vysoušecí doby, jakož i stupně vysušení:

Stupněm vysušení se vyznačuje jakost nátěrové hmoty nanesené na destičku při určité době a teplotě vysoušení a za určitých pokusných podmínek.

Doba vysoušení, jakož i stupeň vysoušení se stanovují při teplotě 20 ± 2 °C a při relativní vlhkosti vzduchu 65 ± 5 % na třech paralelně umístěných ocelových destičkách o rozměrech 70 × 150 mm, přirozeným sušením nebo sušením na kamnech vrstvy nátěrové hmoty nanesené na destičky. Jmenované destičky se před zkoušením vytemperují ve vodorovné poloze v prostoru bez prachu, průvanu a přímého slunečního záření, při teplotě 20 ± 2 °C při relativní vlhkosti vzduchu 65 ± 5 %.

Zkoušení spočívá ve stanovení vysoušecí doby nátěrové hmoty až k dosažení stupně vysoušení 1 a 3.

| Stupeň vysoušení | Druh pokusu                                                | Vyznačení stupně vysoušení                                                  |
|------------------|------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|
| 1                | Nasypání 0,5 g skleněných kuliček z výše 10 až 13 cm       | Kuličky se odstraní měkkým štětcem, aniž se poškodí natřený povrch.         |
| 2                | Zatížení 200 g (vyvinutím tlaku asi 50 g/cm <sup>2</sup> ) | Papírový kotouč neupí na povlaku a nezanedbá žádné stopy na zatížené ploše. |

Vysoušecí doba až k dosažení vysoušecího stupně 1 se stanoví následovně:

Destičky opatřené nátěrovou hmotou se uloží na tak dlouho, až při lehkém dotyku prstu na nátěrovou hmotu není již znatelná žádná lepkavost.

Potom se na vodorovně položené destičky nasype z výšky asi 10 až 13 cm řídká vrstva skleněných kuliček v množství asi 0,5 g. Kuličky se na destičkách nechají ležet  $60 \pm 2$  s. Potom se destičky nakloní v úhlu asi  $20^\circ$  a kuličky se odstraní měkkým štětcem. Nechají-li se lehce a zcela odstranit, aniž se poškodí povrch povlaku, je tak stanovena vysoušecí doba odpovídající vysoušecímu stupni 1.

Vysoušecí doba až do dosažení vysoušecího stupně 3 se stanoví následovně.

Na destičku opatřenou nátěrem se ve vzdálenosti 1 až 2 cm od kraje položí papírový kotouč a na něj kotouč gumový. Na střed gumového kotouče se na  $60 \pm 2$  sekundy položí závaží odpovídající tabulce. Po určité době zatížení povrchu povlaku se závaží a gumový kotouč odstraní a destička s papírovým kotoučem se z výše 2 až 3 cm hodí svým okrajem na dřevěný povrch. Jestliže papírový kotouč neulpívá na povlaku a povlaková plocha pod ním odpovídá hodnotám uvedeným v tabulce, je tak stanovena doba potřebná k dosažení vysoušecího stupně 3.

Pro výsledky zkoušek se pro dosažení určitého vysoušecího stupně nátěrové hmoty nanesené na destičku v dané tloušťce, za stanovených podmínek sušení, bere nutný čas v minutách, hodinách, popřípadě dnech.

Přitom platí potřebný vysoušecí stupeň jako dosažený, když alespoň dva ze tří paralelně provedených pokusů odpovídají hodnotám daného vysoušecího stupně.

Způsob stanovení tvrdosti povlaku pomocí kyvadlového přístroje:

Způsob spočívá ve stanovení poměru mezi dobou útlumu kývání kyvadla umístěného na povlaku nátěrové hmoty a dobou útlumu téhož na desce fotoskla umístěného kyvadla.

Tvrdost nátěrových hmot se stanovuje při teplotách  $20$  až  $200^\circ\text{C}$ .

Všeobecné požadavky, kterým musí kyvadlový přístroj odpovídat:

- hmotnost kyvadla –  $120 \pm 1$  g,
- délka kyvadla od opěrného bodu až ke konci ukazatele  $500 \pm 1$  mm,
- průměr ocelové kuličky sloužící jako opěrný bod –  $7,938$  mm,
- přístrojová stupnice má být označena stupni, přičemž ve středu stupnice leží označení nulové polohy a na obě strany od ní se nanesou dělení.

Zkouška se provádí následovně: Na desku z fotoskla se nanese nátěr zkoušené nátěrové hmoty. Před začátkem práce se kyvadlový přístroj vyzkouší na dobu útlumu kývání kyvadla, jehož opěrné body spočívají na desce z fotoskla o  $5$  až  $2^\circ$ . Doba útlumu kývání kyvadla má být  $440 \pm 6$  s. Stanovení doby útlumu kývání kyvadla se provádí při teplotě  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  a relativní vlhkosti vzduchu nejvýše  $70\%$ .

Velikost tvrdosti (X) v podmíněných jednotkách se vypočítá podle vzorce:

$$X = \frac{t}{t_1}$$

kde značí:

t – dobu útlumu kývání kyvadla o  $5$  až  $2^\circ$  na zkoušené nátěrové hmotě, s

$t_1$  – dobu útlumu kývání kyvadla o  $5$  až  $2^\circ$  na desce z fotoskla, s.

Jako výsledek zkoušek se bere aritmetický střed ze dvou stanovení, jejichž divergence nepřestoupí  $30\%$ .

Způsob zkoušení ohybu povlaků:

Způsob spočívá ve stanovení nejmenšího průměru tyčky, při kterém ohýbání kovové destičky opatřené nátěrem přes povrchovou plochu tyčky nemá za následek mechanické porušení povlaku a jeho odlupování.

Zařízení pro zkoušku ohybu nátěrů představuje desku, na které je umístěno dvanáct ocelových pochromovaných tyček, z nichž devět je pevně upevněno, zatím co tři tyčky (horní řada) se mohou odejmout a na jejich místo je možno umístit tyčky jiného průměru. Délka pracovního úseku každé tyčky je  $55$  mm.

Zkouška se provádí paralelně se třemi zkušebními vzorky při teplotě  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  a relativní vlhkosti vzduchu  $65 \pm 5\%$ .

Na destičku z černého leštěného plechu o síle  $0,25$  až  $0,31$  mm, šířce  $20$  až  $50$  mm a délce  $100$  až  $150$  mm se pomocí štětce v podélném směru destičky nanese nátěrová hmota, načež se vysuší.

Destička se položí povlakem nahoru přes tyčku s největším průměrem, na tyčku se přitlačí a  $1$  až  $2$  s se stejnoměrně kolem tyčky ohýbá o  $180^\circ$ . Potom se povlak v místě ohybu pomocí lupy prohlédne, zda na něm nejsou trhlinky a zda se neodlupuje. Když uvedená poškození nevznikla, opakuje se ohýbání destičky postupně na tyčkách s menším průměrem tak dlouho, až jmenovaná poškození, tj. trhlinky, popřípadě odlupování vzniknou a jsou při čtyř nebo desetinásobném zvětšení lupou viditelná.

Jako výsledek zkoušky se vezme minimální průměr tyčky v mm, na kterém došlo k poškození zkoušeného materiálu.

Poškození nátěrového povlaku ve vzdálenosti  $3$  až  $5$  mm od okrajů destičky se neberou v úvahu.

Způsob stanovení rázové houževnatosti povlaků:

Způsob spočívá v deformaci kovové destičky s nanesenou na ni nátěrovou hmotou při volném pádu tělíska na destičku.

Přístroj používaný ke stanovení rázové houževnatosti nátěrových povlaků se skládá ze stojanu, do něho zalisované kovadlinky, dvou podpěr spojených příčníky, vnikacího tělíska s kuličkou, trubkového vedení s pádovým tělískem o hmotnosti  $1$  kg, jakož i ze zařízení k držení a vypouštění pádového tělíska. Zařízení k držení a vypouštění pádového tělíska se skládá z pouzdra, uzavíracího zařízení, aretačního šroubu, tlačítka a ukazatele. Pádové tělísko se může uvnitř trubkového vedení volně pohybovat a aretačním šroubem se nastaví na

libovolnou výšku pádu. Vedení je opatřeno stupnicí od 0 do 50 cm s absolutní chybou měření až 1 cm, k odečtení nastavené výšky pádového tělíska.

Zkouška se provádí při teplotě  $20 \pm 2$  °C a relativní vlhkosti vzduchu  $65 \pm 5$  %.

Destička s povlakem zkoušeného materiálu se uloží povlakem nahoru na kovadlinku pod vnikací tělísko. Úsek destičky vystavený nárazu smí ležet ve vzdálenosti nejméně 20 mm od okrajů destičky nebo od středů jiných nárazu vystavených úseků.

Pádové tělísko se vysune nahoru a pomocí aretačního šroubu se zajistí ve stanovené výšce pádu. Potom se pádové tělísko uvolní stisknutím tlačítka a volným pádem dopadne na vnikací tělísko. Náraz se přes vnikací tělísko přenáší na destičku uloženou na kovadlince. Po zkoušce se pádové tělísko vysune nahoru, destička se sejmě a povlak se lupou přezkouší, zda na něm nejsou trhlinky, pohmoždění nebo zda se neodlupuje.

Když nenastane žádné poškození, opakuje se zkouška při současném zvětšení výšky pádu pádového tělíska o 2 až 10 cm tak dlouho, až se zjistí porušení povlaku vlivem nárazu. Opakované pokusy se vždy provádějí na jiném úseku destičky. Stanovení rázové houževnatosti se vždy na jedné výšce provádějí nejméně třikrát.

Rázová houževnatost povlaku se vyjadřuje v kg.cm a označuje maximální pádovou výšku (v cm), ze které na zkoušenou destičku při normálním pádovém zrychlení padá pádové tělísko o hmotnosti 1 kg, aniž způsobuje porušení (trhlinky, pohmoždění nebo odlupování).

Jako výsledek zkoušky se bere aritmetický střed ze tří stanovení, která se postupně provádějí na různých úsecích destičky.

Přípustné odchylky střední hodnoty nesmí přestoupit hodnotu 1 kg.cm.

Jestliže tato podmínka není dodržena, opakuje se zkouška ještě na dvou destičkách, přičemž výsledky zkoušky alespoň dvou paralelních vzorků mají souhlasit.

Stanovení pevnosti přilnutí

za použití způsobu mřížkových vrubů:

Při stanovení pevnosti přilnutí za použití zmíněného způsobu se na zkoušeném povlaku žiletkou podle pravítka provede až na podložku ve vzdálenosti 1 až 2 mm od sebe alespoň pět paralelních vrubů a potom stejný počet vrubů kolmo k prvnímu. Na povlaku se tím vytvoří standardní mřížka ze štvorců stejné velikosti  $1 \times 1$  mm pro povlaky o síle pod 60  $\mu$ m, popřípadě  $2 \times 2$  mm pro povlaky o síle přes 60  $\mu$ m.

Po zhotovení mřížky se kousky povlaku oddělené z povrchu povlaku odstraní a pevnost přilnutí povlaku se zjistí podle stupnice se čtyřmi stupni ocenění.

Objemový sediment se stanoví následovně:

Fermež o teplotě  $20 \pm 2$  °C se pečlivě smíchá s ropnou pryskyřicí a naplní se do odměrného válce se zabroušenou zátkou, který má obsah 100 ml. Válec s fermeží se nechá 24 hodin stát při teplotě  $20 \pm 2$  °C. Potom se odečte objem sedimentu v mm

| Stupně<br>ocenění | Popis povrchu nátěrové hmoty po vytvoření<br>vrubové mřížky                                                                         |
|-------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1                 | Okraje vrubů mají být hladké a nemají být přítomny žádné odloupnuté kousky.                                                         |
| 2                 | Malá odloupení povlaku ve formě bodů podél vrubu nebo v bodě křížení (až do 5 % povrchu stávající mřížky).                          |
| 3                 | Odlupování povlaku podél linie vrubu, popřípadě pruhu vrubu (až do 35 % povrchu stávající mřížky).                                  |
| 4                 | Úplné nebo částečné odloupení povlaku ve formě pásků, popřípadě čtverců podél linie vrubu (více než 35 % povrchu stávající mřížky). |

(množství usazeniny v mm představuje objemový sediment v procentech).

Kvalitativní stanovení odolnosti proti vodě  
nátěrových povlaků:

Dvě plechové destičky velikosti  $5 \times 10$  cm se opatří nátěrem zkoušeného laku, popřípadě barvy. Nátřené destičky se uloží ve vodorovné poloze v zasklené skříni při teplotě  $20 \pm 2$  °C.

Po úplném vyschnutí se zmíněné destičky zavěsí svisle do 2/3 své výšky do skleněné vany s destilovanou vodou. Zkouška se má provádět při teplotě 20 °C.

Dvě hodiny po vyjmutí destiček z vody a po jejich uschnutí na vzduchu se destičky prohlédnou. Zaznamenává se:

1. vznik bílých matných skvrn,
2. začátek porušení povlaku (vznik drsnosti, puchýřů, odlupování apod.).

První zkušební den se prohlídka provádí každé dvě hodiny.

Dále jsou uvedeny konkrétní příklady provedení způsobu podle vynálezu.

#### Příklad 1

Podle vynálezu se polymerní ropná pryskyřice vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolysy benzínu, totiž frakce s teplotou varu 10 až 160 °C. Smíchá se 993 kg zmíněné frakce se 7 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 3,5 kg kumenylhydroperoxidu a 3,5 kg stearatu vápenatého. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 0,7 hmot. % a kumenylperoxid a stearát vápenatý jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 1 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 160 °C a při této teplotě se udržuje 15 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolysy benzínu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice nacházející se ve zbytku představuje cílový produkt technologie. Výtěžek cílového produktu je 150 kg, popřípadě 15 hmot. % množství výchozí látky (12,75 hmot. %, počítáno na kapalné produkty pyrolysy benzínu).

Pryskyřice získaná tímto způsobem má následující hodnoty:



## 209029

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 800
- teplotu měknutí, °C . . . . . 30
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 600

Mimo jedovatá rozpouštědla je možné získanou pryskyřici rozpouštět v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako jsou lakový benzin, solventnafta, jakož i v jejich směsi. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 40 s. Viskozita se měří dříve popsaným způsobem. K nanášení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanáší ponořením jmenované destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorky vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se měří dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do vysoušecího stupně 1 . . . . . 2
  - do vysoušecího stupně 3 . . . . . 8
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . 0,4
- pevnost v ohybu povlaku, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm (elastičnost) . . . . . 40
- přilnavost povlaku na ocelové destičce, stupně . . . . . 2
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost proti vodě povlaku . . . . . beze změn po 24 hodinách

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání s dosud známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138 377) použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu doba polymerace osminásobně zkracuje a výtěžky cílového produktu se mohou 2,3 násobně zvýšit.

**Příklad 2**

Podle vynálezu se polymerní pryskyřice vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolýsy benzinu, totiž frakce s teplotou varu 130 až 190 °C. Smíchá se 990 kg zmíněné frakce s 10 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 9,5 kg kumenylhydroperoxidu a 0,5 kg stearátu vápenatého. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 1 hmot.%, zatímco kumenylhydroperoxid a stearát vápenatý jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 19 : 1. Homogenní směs kapalných pyrolysních produktů a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 6 hodin. Během doby prodloužení proběhne polymerace produktů pyrolýsy benzinu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací za atmosférického, jakož i za sníženého tlaku. Polymerní ropná pryskyřice obsažená ve zbytku představuje cílový produkt. Výtěžek cílového produktu je 340 kg, popřípadě 34 hmot.% množství výchozí látky (5,1 hmot.%, přepočítáno na kapalné produkty pyrolýsy benzinu).

Tímto způsobem získaná pryskyřice má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 900

- teplotu měknutí, °C . . . . . 85
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 200

Mimo jedovatá rozpouštědla je možné získanou pryskyřici dobře rozpouštět v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta a jejich směs. Viskozita 60% roztoku je 50 s. Viskozita se stanoví dříve popsaným způsobem. K vytvoření povlaku na ocelové destičce se použije 60 % roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením jmenované destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorek vyrobený z téže látky. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsaným způsobem. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do vysoušecího stupně 1 . . . . . 1
  - do vysoušecího stupně 3 . . . . . 6
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,5
- pevnost v ohybu, mm . . . . . 5
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 30
- přilnavost povlaku na ocelové destičce, stupně . . . . . 3
- sediment, obj.% . . . . . chybí
- odolnost proti vodě . . . . . beze změn po 24 hodinách

Uvedené hodnoty svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz. SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím popsaného způsobu podle vynálezu dosáhnout 18násobného zkrácení doby polymerace.

**Příklad 3**

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolýsy benzinu, totiž směs frakcí s teplotou varu 20 až 65 °C a s teplotou varu 130 až 190 °C, které se vezmou ve hmotnostním poměru 1 : 3. Smíchá se 994 kg zmíněných frakcí se 6 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 5 kg kumenylhydroperoxidu a 1 kg stearátu vápenatého. Reakční směs obsahuje tedy 0,6 hmot.% iniciátoru polymerace, ve kterém jsou kumenylhydroperoxid a stearát vápenatý ve hmotnostním poměru 5 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 200 °C a při této teplotě se udržuje 8 h. Během doby prodloužení dochází k polymeraci produktů pyrolýsy benzinu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí protiproudou destilací s následnou destilací v odparce s tenkou vrstvou. Polymerní pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt dané technologie. Výtěžek cílového produktu je 300 kg, popřípadě 30 hmot.% množství výchozí látky, nebo 7,5 hmot.%, přepočteno na kapalné produkty pyrolýsy benzinu.

Pryskyřice získaná tímto způsobem má následující parametry:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 1000
- teplotu měknutí, °C . . . . . 75



– číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 260

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta a jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 55 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se nanese povlak na zkušební vzorky připravené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

– Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:  
do vysoušecího stupně 1 . . . . . 2  
do vysoušecího stupně 3 . . . . . 7  
– relativní tvrdost povlaku,  
jednotky . . . . . 0,4  
– pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 5  
– rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . 45  
– přilnavost na kovové destičce, stupně . . 2  
– sediment, obj.% . . . . . chybí  
– odolnost proti vodě . . . . . bez poškození po 24 hod.

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání s technologií o sobě známou (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) při použití výše popsané varianty způsobu doba polymerace zkrátí dvanásinásobně a výtěžek se může zvýšit 1,5 násobně.

#### Příklad 4 (negativní)

V podstatě způsobem popsaným v příkladech 1 až 3 se z kapalných produktů pyrolýsy benzinu obdrží polymerní ropná pryskyřice při použití frakcí s teplotou varu 0 až 160 °C. Při tom se použije stejný iniciátor polymerace, tj. směs kumenylhydroperoxidu a stearátu vápenatého ve hmotnostním poměru 5 : 1. V rozporu s technologií podle vynálezu se však použijí frakce s teplotou varu 0 až 160 °C. Po zahřátí směsi na teplotu 160 °C a udržování při této teplotě po dobu 10 hodin se obdrží polymerní ropná pryskyřice, která představuje cílový produkt technologie. Výtěžek cílového produktu je 160 kg, popřípadě 16 hmot.% množství výchozí látky (13,68 hmot.%, přepočteno na kapalně produkty pyrolýsy benzinu). Pryskyřice získaná tímto způsobem se zkouší ke stanovení jejích hodnot. Získají se následující výsledky zkoušek:

– relativní molekulová hmotnost . . . . . 600  
– teplota měknutí, °C . . . . . 60  
– číslo barevnosti podle jodové stupnice . . 300

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzínu, solventnaftě, jakož i v jejich směsi. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 25 s. Viskosita se stanoví dříve popsaným způsobem. 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu se použije k nanesení povlaku

na kovovou a skleněnou destičku. Povlak se nanese ponořením destiček do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorky vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

– Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:  
do vysoušecího stupně 1 . . . . . 3  
do vysoušecího stupně 3 . . . . . 14  
– relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . 0,4  
– pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10  
– rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . 40  
– přilnavost na ocelové destičce,  
stupně . . . . . 3  
– sediment, obj.% . . . . . chybí  
– odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po 24 h

Uvedené údaje svědčí o tom, že změnou teploty varu výchozí frakce, která je podrobena polymeraci, je zvýšení tlaku v reakční zóně oligomerisace způsobeno tím, že kvůli poklesu počáteční teploty varu výchozí frakce kapalných produktů pyrolýsy benzinu jsou s nenasycenými uhlovodíky C<sub>5</sub>–C<sub>9</sub>, obsaženými ve frakci, vtaženy i nízkovroucí monomery frakce C<sub>4</sub>, jako butan, butadien apod., jejichž teple par je relativně vyšší než tense par monomerů frakce C<sub>5</sub>–C<sub>9</sub>.

#### Příklad 5 (negativní)

Polymerní ropná pryskyřice se získá z kapalných produktů pyrolýsy benzinu (frakce s teplotou varu 10 až 235 °C) v podstatě způsobem popsaným v příkladech 1 až 3. Přitom se použije stejný iniciátor polymerace, tj. směs kumenylhydroperoxidu a stearátu vápenatého ve hmotnostním poměru 5 : 1. Na rozdíl od technologie podle vynálezu se jako kapalně produkty pyrolýsy benzinu použijí frakce s teplotou varu 10 až 235 °C. Po zahřátí směsi na teplotu 160 °C a udržování při této teplotě 14 hodin se získá polymerní ropná pryskyřice, která představuje cílový produkt dané technologie. Výtěžek cílového produktu je 70 kg, popřípadě 7,0 hmot.% množství výchozí látky (6,5 hmot.%, přepočteno na kapalně produkty pyrolýsy benzinu). Při zkouškách pryskyřice získané tímto způsobem se obdrží následující výsledky zkoušek:

– relativní molekulová hmotnost . . . . . 500  
– teplota měknutí, °C . . . . . 50  
– číslo barevnosti podle jodové stupnice . . 800

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako jsou lakový benzin, solventnafta a jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 15 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na kovovou a skleněnou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněných destiček do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorky vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se

## 209029

zkoušejí podle dříve popsaných způsobů. Získají se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do vysoušecího stupně 1 . . . . . 5
  - do vysoušecího stupně 3 . . . . . 24
- Relativní tvrdost povlaku, jednotek . . . 0,15
- Pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 25
- Rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . . . 5
- Přilnavost na ocelové destičce, stupně . . . . . 4
- Sediment, obj. % . . . . . chybí
- Odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po 24 h

Uvedené údaje svědčí o tom, že použití frakcí kapalných produktů pyrolysy benzinu s teplotou varu přes 190 °C vede k tomu, že se kondensované aromatické uhlovodíky (naftalen, jeho alkylsubstituované a jiné kondensované aromatické uhlovodíky) vtahují do výchozí frakce podrobené oligomerisaci a svou přítomností v surovině oligomerizační proces prodlužují. Přítomnost kondensovaných aromatických uhlovodíků vede také k tomu, že dieny a cyklodieny, které jsou v surovině obsaženy, s nimi snadno kondensují za vzniku jedovatých produktů, které mají silný, nepříjemný zápach. Kondensované uhlovodíky přítomné ve výchozí frakci vedou ke zhoršení parametrů roztoků pryskyřice v lakovém benzínu nebo solventnaftě, jako k možnosti sušení, rázové houževnatosti a odolnosti proti vodě.

#### Příklad 6 (negativní)

Polymerní ropná pryskyřice se získá z kapalných produktů pyrolysy benzinu (frakce s teplotou varu 130 až 190 °C) v podstatě způsobem popsaným v příkladech 1 až 3. Přitom se použije stejný iniciátor polymerace, tj. směs kumenylhydroperoxidu a stearátu vápenatého. Na rozdíl od technologie podle vynálezu se v iniciátoru polymerace poruší poměr mezi peroxidovými a hydroperoxidovými sloučeninami, jakož i solemi organických kyselin (ve hmotnostním poměru 0,5 : 1). Po zahřátí směsi na teplotu 160 °C a udržování při této teplotě 12 hodin se získá polymerní ropná pryskyřice, odpovídající cílovému produktu dané technologie. Výtěžek cílového produktu je 240 kg, popřípadě 24 hmot. % množství výchozí látky (3,6 hmot. %, přepočteno na kapalně produkty pyrolysy benzinu). U pryskyřice získané tímto způsobem se stanoví její hodnoty. Získají se následující výsledky zkoušek:

- relativní molekulová hmotnost . . . . . 1200
- teplota měknutí, °C . . . . . 95
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 200

Získanou pryskyřici je možno rozpouštět v aromatických uhlovodících i ve směsi solventnafty a lakového benzinu ve hmotnostním poměru 1 : 2. V čistém lakovém benzínu se získaná pryskyřice nerozpouští. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 300 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanášení povlaku na

kovovou nebo skleněnou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v solventnaftě. Povlak se nanese ponořením zmíněných destiček do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se nanese povlak na zkušební vzorky vyrobené z téhož materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí způsoby dříve popsanými. Získají se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do vysoušecího stupně 1 . . . . . 3
  - do vysoušecího stupně 3 . . . . . 7
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . 0,5
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 20
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 5
- přilnavost na ocelové destičce, stupně . . . . . 4
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po 24 h

Uvedené údaje svědčí o tom, že porušení poměru mezi peroxidovými a hydroperoxidovými sloučeninami, jakož i solemi organických kyselin vede ke zhoršení rozpustnosti pryskyřice v nejedovatých rozpouštědlech (lakový benzin), jakož i fyzikálně-chemických vlastností povlaku, jako tvrdosti, pevnosti v ohybu a rázové houževnatosti jakož i přilnavosti.

#### Příklad 7 (negativní)

Polymerní ropná pryskyřice se získá z kapalných produktů pyrolysy benzinu (frakce s teplotou varu 130 až 190 °C) v podstatě způsobem popsaným v příkladech 1 až 3. Při tom se použije tentýž iniciátor polymerace, tj. směs kumenylhydroperoxidu a stearátu vápenatého. Na rozdíl od technologie podle vynálezu se však v iniciátoru polymerace poruší poměr mezi peroxidovými a hydroperoxidovými sloučeninami, jakož i solemi organických kyselin (ve hmotnostním poměru 20 : 1). Když se směs zahřeje na teplotu 160 °C a udržuje se při této teplotě 15 hodin, získá se polymerní ropná pryskyřice představující cílový produkt dané technologie. Výtěžek cílového produktu je 200 kg, popřípadě 20 hmot. % množství výchozí látky (3,0 hmot. %, přepočteno na kapalně produkty pyrolysy benzinu). Pryskyřice získaná tímto způsobem se zkouší za účelem stanovení jejích hodnot. Získají se následující výsledky zkoušek:

- relativní molekulová hmotnost . . . . . 900
- teplota měknutí, °C . . . . . 160
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 200

Získaná pryskyřice se dobře rozpouští v aromatických uhlovodících, solventnaftě a ve směsi solventnafty a lakového benzinu ve hmotnostním poměru 2 : 1. V čistém lakovém benzínu je získaná pryskyřice nerozpustná. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v solventnaftě je 50 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem.

K nanášení povlaku na kovovou a skleněnou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v solventnaftě. Povlak se nanese ponořením zmíněných destiček do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem

se povlak nanese na zkušební vzorky, připravené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se podrobí zkouškám způsoby dříve popsány. Získají se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do vysoušecího stupně 1 . . . . . 5
  - do vysoušecího stupně 3 . . . . . 17
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,3
- pevnost v ohybu, mm . . . . . 25
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 10
- přilnavost na ocelové destičce, stupně . . . . . 4
- sediment, obj.% . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po 24 hodinách

Uvedené údaje svědčí o tom, že porušení poměru mezi peroxidovými a hydroperoxidovými sloučeninami, jakož i solemi organických kyselin ve hmotnostním poměru 20 : 1 vede ke zhoršení vysoušecí schopnosti a ke snížení výtěžku pryskyřice.

#### Příklad 8 (negativní)

Polymerní ropná pryskyřice se získá z kapalných produktů pyrolysy benzinu (frakce s teplotou varu 130 až 190 °C) v podstatě způsobem popsaným v příkladech 1 až 3. Při tom se použije stejný iniciátor polymerace, tj. směs kumenylhydroperoxidu a stearátu vápenatého ve hmotnostním poměru 5 : 1. Na rozdíl od technologie podle vynálezu se změnila koncentrace iniciátoru polymerace a činí 0,1 hmot. %.

Když se směs zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 6 hodin, získá se polymerní ropná pryskyřice, která představuje cílový produkt dané technologie. Výtěžek cílového produktu je 210 kg, popřípadě 21 hmot. % množství výchozí látky (3,15 hmot. %, přepočteno na kapalně produkty pyrolysy benzinu). Pryskyřice získaná tímto způsobem se podrobí zkouškám za účelem stanovení jejích hodnot. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- relativní molekulová hmotnost . . . . . 900
- teplota měknutí, °C . . . . . 80
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 180

Mimo jedovatá rozpouštědla je možné získanou pryskyřici dobře rozpouštět v nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta, jakož i jejich směs. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 55 s. Viskozita se měří dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na kovovou a skleněnou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněných destiček do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsány způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:

- do stupně 1 . . . . . 1
- do stupně 3 . . . . . 6
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,15
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 10
- přilnavost na ocelové destičce, stupně . . . . . 4
- sediment, obj.% . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po 24 hodinách

Uvedené údaje svědčí o tom, že změna koncentrace iniciátoru polymerace (0,1 hmot. %) vede ke snížení výtěžku pryskyřice a ke zhoršení pevnosti v ohybu a rázové houževnatosti povlaku.

#### Příklad 9 (negativní)

Polymerní ropná pryskyřice se získá z kapalných produktů pyrolysy benzinu (frakce s teplotou varu 130 až 190 °C) v podstatě způsobem popsaným v příkladech 1 až 3. Při tom se použije stejný iniciátor polymerace, tj. směs kumenylhydroperoxidu a stearátu vápenatého ve hmotnostním poměru 5 : 1. Na rozdíl od technologie podle vynálezu se změnila koncentrace iniciátoru polymerace a činí 3 hmot. %.

Po zahřátí směsi na teplotu 250 °C a udržování při této teplotě po dobu 6 hodin se získá polymerní ropná pryskyřice, která představuje cílový produkt. Výtěžek cílového produktu je 360 kg, popřípadě 36 hmot. % množství výchozí látky (5,4 hmot. %, přepočteno na kapalně produkty pyrolysy). Pryskyřice získaná tímto způsobem se zkouší za účelem získání jejích hmot.

Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- relativní molekulová hmotnost . . . . . 400
- teplota měknutí, °C . . . . . 50
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 250

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice rozpouští dobře v rozpouštědlech nejedovatých, jako v lakovém benzínu, solventnaftě a v jejích směsích. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 15. Viskozita se zjistí dříve popsanou metodou. K nanesení povlaku na kovovou a skleněnou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Jmenovaný povlak se nanese ponořením destiček do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se nanese povlak na zkušební vzorky vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsány způsoby. Získají se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 6
  - do stupně 3 . . . . . 20
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,2
- pevnost v ohybu povlaku, mm . . . . . 25
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 10
- přilnavost na ocelové destičce, stupně . . . . . 4
- sediment, ob.% . . . . . 8

## 209029

– odolnost povlaku proti vodě ..... beze změn po 24 hodinách

Uvedené údaje svědčí o tom, že změna koncentrace iniciátoru polymerace (3,0 hmot.%) má za následek zhoršení pevnosti v ohybu, jakož i rázové houževnatosti povlaku a vzniku nerozpustných produktů.

**Příklad 10** (srovnávací příklad)

Polymerní ropná pryskyřice se získá z kapalných produktů pyrolýsy benzinu (frakce s teplotou varu 130 až 190 °C) v podstatě způsobem popsaným v příkladech 1 až 3. Přitom se však na rozdíl od technologie podle vynálezu nepoužije žádný iniciátor polymerace. Po zahřátí směsi na 250 °C a udržování při této teplotě po dobu 6 hodin se získá polymerní ropná pryskyřice, která představuje cílový produkt. Výtěžek cílového produktu je 200 kg, popřípadě 20 hmot.% množství výchozí látky (3,0 hmot.%, přepočítáno na kapalně produkty pyrolýsy). Pryskyřice získaná tímto způsobem se zkouší ke stanovení jejich hodnot.

Získají se následující výsledky zkoušek:

- relativní molekulová hmotnost ..... 900
- teplota měknutí, °C ..... 80
- číslo barevnosti podle jodové stupnice ..... 190

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v rozpouštědlech nejedovatých, jako v lakovém benzinu, solventnaftě a v jejich směsi. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzinu je 55 s. Viskosita se zjistí dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na kovovou a skleněnou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzinu. Jmenovaný povlak se nanese ponořením destiček do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorky připravené z téže látky. Povlaky nanášené na zkušební vzorky se zkoušejí podle dříve popsaných způsobů. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 ..... 1
  - do stupně 3 ..... 6
- relativní tvrdost povlaku, jednotky ..... 0,3
- pevnost v ohybu, mm ..... 15
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm ..... 10
- přilnavost na ocelové destičce, stupně ..... 4
- sediment, obj.% ..... chybí
- odolnost proti vodě ..... beze změn po 24 hodinách

Uvedené údaje svědčí o tom, že vypuštění iniciátoru polymerace při polymeračním postupu má za následek snížení výtěžků cílového produktu, snížení teploty měknutí pryskyřice, jakož i zhoršení její pevnosti v ohybu a rázové houževnatosti.

**Příklad 11**

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následovně. Jako výchozí látka se použijí

kapalné produkty pyrolýsy benzinu, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 994,5 kg zmíněné frakce s 5,5 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 5 kg terc. butylhydroperoxidu a 0,5 kg naftenátu sodného. Destilované naftenové kyseliny představují ropné kyseliny extrahované z alkalického rafinovaného olejového destilátu a z destilátu solarového oleje. Destilovaná kyselina naftenová, sloužící ke vzniku dříve uvedené soli, představuje průhlednou homogenní kapalinu s následujícími hodnotami:

- obsah ropných kyselin, %, nejméně ..... 95
- číslo barevnosti podle jodové stupnice ..... 27
- číslo kyselosti, mg KOH/g, nejméně ..... 220 až 260
- jodové číslo, g J<sub>2</sub>/100 g, nejvýše ..... 5,0

Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 0,55 hmot.%, zatím co terc. butylhydroperoxid a naftenát sodný jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 10 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 200 °C a při této teplotě se udržuje 10 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci produktů pyrolýsy benzinu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt dané technologie. Výtěžek cílového produktu je 120 kg popřípadě 12 hmot.% množství výchozí látky (10,8 hmot.% přepočteno na kapalně produkty pyrolýsy benzinu).

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem vykazuje následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost ..... 1000
- teplotu měknutí, °C ..... 85
- číslo barevnosti podle jodové stupnice ..... 250

Mimo jedovatá rozpouštědla je získaná pryskyřice dobře rozpustná v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta, jakož i jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzinu je 60 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanášení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzinu. Jmenovaný povlak se získá ponořením destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanášené na zkušební vzorky se zkoušejí popsánými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 ..... 2
  - do stupně 2 ..... 7
- relativní tvrdost povlaku, jednotky ..... 0,35
- pevnost povlaku v ohybu, mm ..... 10
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm ..... 40
- přilnavost na ocelové destičce, stupně ..... 2
- sediment, obj.% ..... chybí
- odolnost povlaku proti vodě ..... beze změn po 24 hodinách

Uvedené hodnoty svědčí o tom, že se ve srovnání so sobě známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu zkrátit polymerační doba sedminásobně.

#### Příklad 12

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrábí následovně. Jako výchozí látka se použijí produkty pyrolýsy plyných uhlovodíků, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 994 kg zmíněných frakcí se 6 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 3 kg terc. butylperoxidu a 3 kg naftenátu kobaltnatého. Reakční směs obsahuje tedy 0,6 hmot.% iniciátoru polymerace při hmotnostním poměru terc. butylperoxidu a naftenátu kobaltnatého 1 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na 200 °C a při této teplotě se udržuje po dobu 10 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolýsy plyných uhlovodíků za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se odstraní destilací ostrou párou. Ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt dané technologie. Výtěžek cílového produktu je 200 kg, popřípadě 20 hmot.% množství výchozí látky (19,0 hmot.%, přepočteno na kapalně produkty pyrolýsy plyných uhlovodíků).

Pryskyřice tímto způsobem vyrobené mají následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 900
- teplotu měknutí, °C . . . . . 50
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . 300

Mimo jedovatá rozpouštědla se získané pryskyřice dobře rozpouštějí v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzínu, solventnaftě a v jejich směsi. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 60 s. Viskozita se zjišťuje podle dříve popsaného způsobu. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se získají povlaky na zkušebních vzorcích, vyrobených ze stejné látky. Povlaky nanášené na zkušební vzorky se zkoušejí způsoby dříve popsanými. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 3
  - do stupně 3 . . . . . 7
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,3
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . 50
- přilnavost na ocelové destičce, stupně . . . . . 2
- sediment, obj.% . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po dobu 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení

č. 138377) může použitím popsané varianty způsobu desetinásobně zkrátit polymerační doba a 4,5 násobně zvýšit výtěžek cílového produktu.

#### Příklad 13

Polymerní ropná pryskyřice se vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalně produkty pyrolýsy benzínu, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 990 kg zmíněné frakce s 10 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 7 kg kumenylhydroperoxidu a 3 kg barnaté soli mastné kyseliny ( $C_5-C_6$ ).

Mastné kyseliny ( $C_5-C_6$ ) sloužící ke vzniku zmíněných solí představují průhledné olejovité, bezbarvé, popřípadě trochu nažloutlé kapaliny s následujícími hodnotami:

- číslo kyselosti mg KOH/g, nejméně . . . . . 420 až 500
- esterové číslo, mg KOH/g, nejvýše . . . . . 1

Reakční směs obsahuje tedy 1,0 hmot.% iniciátoru polymerace, zatím co kumenylperoxid a barnatá sůl mastné kyseliny ( $C_5-C_6$ ) jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 2,3:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 200 °C a při této teplotě se udržuje 12 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci produktů pyrolýsy benzínu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 163 kg, popřípadě 16,3 hmot.% množství výchozí látky (15,2 hmot.%, přepočítáno na kapalně produkty pyrolýsy benzínu).

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 700
- teplotu měknutí, °C . . . . . 64
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . 300

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v rozpouštědlech nejedovatých, jako je lakový benzin, solventnafta, jakož i jejich směs. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 47 s. Viskozita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60 % roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se opatří povlakem zkušební vzorky, zhotovené ze stejného materiálu. Povlaky nanášené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Získají se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 2
  - do stupně 3 . . . . . 8
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,3
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 5
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . 40
- přilnavost na ocelové destičce, stupně . . . . . 3

- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn během 24 hodin

Uvedené hodnoty ukazují, že se ve srovnání se známou technologií (viz. SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu polymerační doba zkrátit devítinásobně a výtěžek cílového produktu zvýšit 3,5 násobně.

#### Příklad 14

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolysy benzinu probíhající při vysoké teplotě 1200 až 1400 °C, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 990 kg zmíněné frakce s 10 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 8 kg 2,2-di(terc. butylperoxy)butanu a 2 kg draselné soli mastné kyseliny ( $C_7-C_9$ ).

Mastná kyselina  $C_7-C_9$ , sloužící ke vzniku zmíněné soli, je průhledná olejovitá, bezbarvá, popřípadě trochu nažloutlá kapalina s následujícími hodnotami:

- číslo kyselosti, mg KOH/g, nejméně . . . . . 370 až 410
- esterové číslo, mg KOH/g, nejvýše . . . . . 3

Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 1,0 hmot. %, při hmotnostním poměru 2,2-di(terc.butylperoxy)butanu a draselné soli mastné kyseliny ( $C_7-C_9$ ) v iniciátoru polymerace 4:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 180 °C a při této teplotě se udržuje po dobu 20 hodin. Během doby prodlení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolysy benzinu, probíhající při vysoké teplotě 1200–1400 °C za vzniku pryskyřice. Na nezpolymerované uhlovodíky se působí alkoholem, načež se sedimentací oddělí ropná pryskyřice, která představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 150 kg, popřípadě 15 hmot. % množství výchozí látky (13,5 hmot. %, přepočteno na kapalné produkty vysoko-temperelné pyrolysy).

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 650
- teplotu měknutí, °C . . . . . 65
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . . . 320

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta a jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 35 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky vyrobené ze stejné látky. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí způsoby popsanými dříve. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 3
  - do stupně 3 . . . . . 8
- relativní tvrdost povlaku,
  - jednotky . . . . . 0,35
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg. cm . . . . . 45
- přilnavost na ocelovou destičku,
  - stupně . . . . . 2
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po 24 hod.

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz. SSSR autorské osvědčení č. 138377) použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu zkrátí doba polymerace osminásobně.

#### Příklad 15

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolysy plyných uhlovodíků, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 985 kg zmíněné frakce s 15 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 10 kg 1-hydroxy-1-hydroperoxycyklohexylperoxidu a 5 kg oktylbenzoátu sodného. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 1,5 hmot. %, zatím co 1-hydroxy-1-hydroperoxycyklohexylperoxid a oktylbenzoát sodný jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 2:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 20 hodin. Během doby prodlení nastane polymerace kapalných produktů pyrolysy plyných uhlovodíků za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, tvoří cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 250 kg, popřípadě 25 hmot. % množství výchozí látky (22,5 hmot. %, přepočteno na kapalné produkty pyrolysy plyných uhlovodíků).

Pryskyřice získaná tímto způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 750
- teplotu měknutí, °C . . . . . 80
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . . . 250

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzínu, solventnaftě a v jejich směsi. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 40 s. Viskosita se stanoví dříve popsanou metodou. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se opatří povlakem zkušební vzorky vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí způsoby popsanými dříve. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 2
  - do stupně 2 . . . . . 6
- relativní tvrdost povlaku,
  - jednotky . . . . . 0,4
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg. cm . . . . . 40
- přilnavost a ocelové destičce,
  - stupně . . . . . 3
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn během 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz. SSSR autorské osvědčení č. 138377) použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu šestinásobně zkrátí doba polymerace.

#### Příklad 16

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolýsy frakce ropy petrolej-plynový olej s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 980 kg zmíněné frakce s 20 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 18 kg terc. butylperoxobenzoátu a 2 kg benzoátu molybdenu. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 2,0 hmot. %, při poměru (hmotnostním) terc. butylperoxobenzoátu a benzoátu molybdenu v polymeračním iniciátoru 9:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 20 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci produktů pyrolýsy frakce ropy petrolej-plynový olej za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstává ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 150 kg, popřípadě 15 hmot. % množství výchozí látky (13,5 hmot. %, přepočteno na kapalné produkty pyrolýsy).

Pryskyřice získaná uvedeným způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 680
- teplotu měknutí, °C . . . . . 75
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . . . 300

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzínu, solventnaftě a v jejich směsi. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 35 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Získají se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 3

- do stupně 3 . . . . . 7
- relativní tvrdost povlaku,
  - jednotky . . . . . 0,4
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg. cm . . . . . 45
- přilnavost na ocelové destičce,
  - stupně . . . . . 2
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost proti vodě . . . . . beze změn v průběhu 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu doba polymerace 8 násobně zkrátit a výtěžek cílového produktu 3,5 násobně zvýšit.

#### Příklad 17

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolýsy ropné frakce petrolej-plynový olej, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 998 kg zmíněné frakce se 2 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 1 kg terc. butylperoxoacetátu a 1 kg molybdencyklohexenkarboxylátu. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 0,2 hmot. %, zatím co terc. butylperoxoacetát a molybdencyklohexenkarboxylát jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 1:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 20 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolýsy frakce ropy petrolej-plynový olej za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací za atmosférického tlaku nebo za tlaku sníženého. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 105 kg, popřípadě 10,5 hmot. % množství výchozí látky (9,35 hmot. %, přepočteno na kapalné produkty pyrolýsy).

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem vykazuje následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 650
- teplotu měknutí, °C . . . . . 78
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . . . 280

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzínu, solventnaftě jakož i v jejich směsi. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 34 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:



209029

|                                        |                            |
|----------------------------------------|----------------------------|
| – Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h: |                            |
| do stupně 1                            | 2                          |
| do stupně 3                            | 7                          |
| – relativní tvrdost povlaku,           |                            |
| jednotky                               | 0,35                       |
| – pevnost povlaku v ohybu, mm          | 5                          |
| – rázová houževnatost povlaku, kg.cm   | 45                         |
| – přilnavost na ocelové destičce,      |                            |
| stupně                                 | 2                          |
| – sediment, obj. %                     | chybí                      |
| – odolnost povlaku proti vodě          | beze změn po dobu 24 hodin |

Uvedené hodnoty prokazují, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím výše popsané varianty způsobu doba polymerace osminásobně zkrátit.

#### Příklad 18

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látky se použijí kapalně produkty pyrolýsy benzinu, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 990 kg zmíněné frakce s 10 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 9,5 kg laurylperoxidu a 0,5 kg kalciummethylcyklohexenkarboxylátů. Reakční směs obsahuje tedy 1,0 hmot. % iniciátoru polymerace, přičemž laurylperoxid a kalciummethylcyklohexenkarboxylát jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 19:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 15 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolýsy benzinu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Zbytek obsahuje polymerní ropnou pryskyřici, která představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 145 kg popřípadě 14,5 hmot. % množství výchozí látky (13,05 hmot. %, přepočteno na kapalně produkty pyrolýsy benzinu).

Tímto způsobem vyrobená pryskyřice vykazuje následující hodnoty:

|                                          |     |
|------------------------------------------|-----|
| – relativní molekulovou hmotnost         | 700 |
| – teplotu měknutí, °C                    | 70  |
| – číslo barevnosti podle jodové stupnice | 250 |

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech jako je lakový benzin, solventnafta a jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 38 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky vyrobené z téže látky. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

|                                        |   |
|----------------------------------------|---|
| – Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h: |   |
| do vysoušecího stupně 1                | 2 |
| do stupně 3                            | 7 |
| – relativní tvrdost povlaku,           |   |

|                                                  |                              |
|--------------------------------------------------|------------------------------|
| jednotky                                         | 0,35                         |
| – pevnost povlaku v ohybu, mm                    | 5                            |
| – rázová houževnatost povlaku, kg.cm             | 45                           |
| – přilnavost povlaku na ocelové destičce, stupně | 2                            |
| – sediment, obj. %                               | chybí                        |
| – odolnost povlaku proti vodě                    | beze změn v průběhu 24 hodin |

Uvedené hodnoty svědčí o tom, že se použitím výše popsané varianty způsobu ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může zkrátit doba polymerace 9násobně a výtěžek zvýšit 3,5 násobně.

#### Příklad 19

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalně produkty pyrolýsy benzinu, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 980 kg zmíněné frakce s 20 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 10 kg benzoylperoxidu a 10 kg tetrahydroftalátu kobaltu. Reakční směs tedy obsahuje 2,0 hmot. % iniciátoru polymerace ve kterém jsou benzoylperoxid a tetrahydroftalát kobaltu ve hmotnostním poměru 1:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy benzinu a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 150 °C a při této teplotě se udržuje 20 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolýsy benzinu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí rektifikací s následnou destilací v tenkovrstvém odpařováku. Pryskyřice, která zůstane ve zbytku představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 165 kg popřípadě 16,5 hmot. % množství výchozí látky (14,85 hmot. % přepočítáno na kapalně produkty pyrolýsy benzinu).

Pryskyřice vyrobená takovým způsobem má následující hodnoty:

|                                          |     |
|------------------------------------------|-----|
| – relativní molekulovou hmotnost         | 580 |
| – teplotu měknutí, °C                    | 63  |
| – číslo barevnosti podle jodové stupnice | 300 |

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta jakož i jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 40 s. Viskosita se měří dříve popsaným způsobem. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky vyrobené z téhož materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

|                                        |     |
|----------------------------------------|-----|
| – Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h: |     |
| do stupně 1                            | 3   |
| do stupně 3                            | 9   |
| – relativní tvrdost povlaku,           |     |
| jednotky                               | 0,3 |
| – pevnost povlaku v ohybu, mm          | 10  |

- rázová houževnatost povlaku, kg.cm . . . 45
- přilnavost na ocelové destičce, stupně . . . . . 2
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn během 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může doba polymerace zkrátit osminásobně a výtěžek cílového produktu zvýšit 3,6 násobně.

#### Příklad 20

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použije směs frakcí s teplotou varu 20 až 65 °C a 130 až 190 °C kapalných produktů pyrolysy ropných uhlovodíků ve hmotnostním poměru 1:3. Smíchá se 990 kg zmíněné směsi frakcí s 10 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 9 kg kyseliny peroctové a 1 kg mono-1-oktyloxyoktantetrahydroftalátu vanadu. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 1,0 hmot. %, zatím co kyselina peroctová a mono-1-oktyloxyoktantetrahydroftalát vanadu jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 9:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 200 °C a při této teplotě se udržuje 20 hodin. Během doby prodlení dochází k polymeraci dříve zmíněné směsi frakcí kapalných produktů vysokotepele pyrolysy ropných uhlovodíků za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt uvedené technologie. Výtěžek cílového produktu je 360 kg, popřípadě 36 hmot. % množství výchozí látky (6,91 hmot. %, přepočteno na kapalně produkty pyrolysy).

Tímto způsobem vyrobená pryskyřice má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 600
- teplotu měknutí, °C . . . . . 78
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 279

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta, jakož i jejich směs. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 35 s. Viskozita se zjišťuje způsobem dříve popsaným. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí způsoby dříve popsanými. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 2
  - do stupně 3 . . . . . 6
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,3
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg.cm . . . 45

- přilnavost na destičce ocelové, stupně . . . . . 2
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn během 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu sedminásobně zkrátit doba polymerace a 1,6 násobně zvýšit výtěžek cílového produktu.

#### Příklad 21

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použije směs frakcí s teplotou varu 20 až 65 °C a 130 až 190 °C kapalných produktů vysokoteplotní pyrolysy ropných uhlovodíků, ve hmotnostním poměru 1:2. Smíchá se 990 kg zmíněné reakční směsi s 10 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 9 kg kyseliny perbenzoové a 1 kg olejanu vápenatého. Reakční směs obsahuje tedy 1,0 hmot. % iniciátoru polymerace, zatím co kyselina perbenzoová a olejan vápenatý jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 9:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 10 hodin. Během doby prodlení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolysy za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt popsané technologie. Výtěžek cílového produktu je 350 kg, popřípadě 35 hmot. % množství výchozí látky (5,95 hmot. %, přepočteno na kapalně produkty pyrolysy).

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem vykazuje následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 580
- teplotu měknutí, °C . . . . . 72
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 290

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta a jejich směs. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 30 s. Viskozita se měří způsobem dříve popsaným. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 2
  - do stupně 3 . . . . . 6
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,35
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg.cm . . . 50

- přilnavost povlaku na ocelové destičce, stupně . . . . . 2
- sediment, obj.% . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu doba polymerace desetkrát zkrátit a výtěžek cílového produktu 1,3 násobně zvýšit.

#### Příklad 22

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolýsy plyných uhlovodíků, totiž frakce s teplotou 130 až 190 °C. Smíchá se 990 kg zmíněné frakce s 10 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 9,5 kg kumenylhydroperoxidu a 0,5 kg olejanu sodného. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 1,0 hmot. % při hmotnostním poměru kumenylhydroperoxidu a olejanu sodného v iniciátoru polymerace 19:1. Homogenní směs produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 10 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolýsy za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se odstraní rektifikací s následnou destilací v tenkovrstvém odpařováku. Ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 430 kg, popřípadě 43 hmot. % množství výchozí látky (7,74 hmot. %, přepočteno na kapalné produkty pyrolýsy uhlovodíků).

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 950
- teplotu měknutí, °C . . . . . 90
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 200

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafa a jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 60 s. Viskosita se zjistí podle způsobu dříve popsaného. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, zhotovené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkoušejí způsoby dříve popsanými. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 1
  - do stupně 3 . . . . . 6
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,3
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg.cm . . . 35
- přilnavost povlaku na ocelové destičce,

stupně . . . . . 2

- sediment, obj.% . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn během 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím výše popsané varianty způsobu podle vynálezu doba polymerace desetkrát zkrátit a výtěžek cílového produktu 1,7 krát zvýšit.

#### Příklad 23

Podle vynálezu se polymerní ropná pryskyřice vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolýsy ropné frakce petrolej-plynový olej, totiž frakce s teplotou varu 130 až 190 °C. Smíchá se 985 kg zmíněné frakce s 15 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 14 kg kumenylhydroperoxidu, 0,5 kg olejanu vápenatého a 0,5 kg olejanu molybdenového. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 1,5 hmot.%, zatím co kumenylhydroperoxid a směs olejanu vápenatého a olejanu molybdenového v iniciátoru polymerace je ve hmotnostním poměru 14:1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 10 hodin. Během doby prodloužení nastává polymerace kapalných produktů pyrolýsy frakce petrolej-plynový olej za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 350 kg, popřípadě 35 hmot.% množství výchozí látky (7,0 hmot.%, přepočteno na kapalné produkty pyrolýsy frakce petrolej-plynový olej)

Pryskyřice vyrobená uvedeným způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 750
- teplotu měknutí, °C . . . . . 93
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 260

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafa, jakož i jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 40 s. Viskosita se zjistí způsobem dříve popsaným. K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkoušejí metodami dříve popsanými. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 2
  - do stupně 3 . . . . . 6
- relativní tvrdost povlaku, jednotky . . . . . 0,3
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10

- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 30
- přilnavost povlaku na ocelové destičce, stupně . . . . . 3
- sediment, obj.% . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn během 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) použitím výše popsané varianty způsobu doba polymerace 9 násobně zkrátí a výtěžek cílového produktu 1,6 násobně zvýší.

#### Příklad 24

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolysy plyných ropných uhlovodíků, totiž frakce s teplotou varu 130 až 190 °C. Smíchá se 985 kg zmíněné frakce s 15 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 14 kg dikumenylperoxidu, 0,5 kg olejanu draselného, jakož i 0,5 kg olejanu kobaltnatého. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 1,5 hmot.%, zatím co dikumenylperoxid a jmenovaná směs olejanu draselného a olejanu kobaltnatého jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 14 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 10 hodin. Během doby prodlení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolysy plyných ropných uhlovodíků za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu činí 330 kg, popřípadě 33 hmot.% množství výchozí látky (5,94 hmot.%, přepočteno na kapalné produkty pyrolysy ropných uhlovodíků).

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem vykazuje následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 850
- teplotu měknutí, °C . . . . . 90
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 270

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech jako je lakový benzin, solventnafta, jakož i v jejich směs. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 57 s. Viskozita se zjistí dříve popsaným způsobem.

K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se získá ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 2
  - do stupně 3 . . . . . 7
- relativní tvrdost povlaku,
  - jednotky . . . . . 0,35

- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 15
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 30
- přilnavost povlaku na ocelové destičce, stupně . . . . . 3
- sediment, obj.% . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn v průběhu 24 hodin.

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může použitím výše popsané varianty způsobu 10 násobně zkrátit doba polymerace a 1,3 násobně zvýšit výtěžek cílového produktu.

#### Příklad 25

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolysy plyných ropných uhlovodíků, totiž frakce s teplotou varu 130 až 190 °C. Smíchá se 990 kg zmíněné frakce s 10 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 9,5 kg benzoylperoxidu, 0,25 kg naftenátu sodného a 0,25 kg naftenátu vanadu. Reakční směs obsahuje tedy 1,0 hmot.% iniciátoru polymerace, zatím co benzoylperoxid a zmíněná směs naftenátu sodného a naftenátu vanadu jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 19 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 10 hodin. Během doby prodlení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolysy plyných ropných uhlovodíků za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt dané technologie. Výtěžek cílového produktu obnáší 350 kg, popřípadě 35 hmot.% množství výchozí látky (6,3 hmot.% přepočteno na kapalné produkty pyrolysy).

Pryskyřice získaná tímto způsobem vykazuje následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 900
- teplotu měknutí, °C . . . . . 91
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 220

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako jsou lakový benzin, solventnafta, jakož i v jejich směsi. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu činí 60 s. Viskozita se zjistí dříve popsaným způsobem.

K nanesení na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se na zmíněnou destičku nanese ponořením destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorky, vyrobené z téhož materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkoušejí způsoby dříve popsanými. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 . . . . . 2
  - do stupně 3 . . . . . 6
- relativní tvrdost povlaku,
  - jednotky . . . . . 0,3

209029

- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 30
- přilnavost povlaku na ocelové destičce, stupně . . . . . 3
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn po dobu 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377), může použitím dříve popsané varianty způsobu doba polymerace 11 krát zkrátit a výtěžek cílového produktu 1,5 krát zvýšit.

#### Příklad 26

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalně produkty při vysoké teplotě – 1200 až 1400 °C – probíhající pyrolysy ropné frakce pentan-hexan, totiž její frakce s teplotou varu 130 až 190 °C. Smíchá se 980 kg zmíněné frakce s 20 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 10 kg terc. butylhydroperoxidu a 10 kg směsi olejanu draselného, olejanu vápenatého, olejanu hořečnatého a olejanu molybdenového (vždy 2,5 kg každé soli). Reakční směs obsahuje tedy 2,0 hmot. % iniciátoru polymerace, zatím co terc. butylhydroperoxid a směs olejanu draselného, vápenatého, hořečnatého a molybdenového je v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 1 : 1. Homogenní směs produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 3 hodiny. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů vysokotepelní pyrolysy za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu činí 280 kg, popřípadě 28 hmot. % množství výchozí látky (4,2 hmot. %, přepočteno na kapalně produkty pyrolysy).

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 850
- teplotu měknutí, °C . . . . . 90
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 220

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzínu, solventnaftě, jakož i v jejich směsi. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu činí 70 s. Viskosita se zjišťuje způsobem dříve popsaným.

K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se při tom následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:  
do stupně 1 . . . . . 2

- do stupně 3 . . . . . 7
- relativní tvrdost povlaku,  
jednotky . . . . . 0,3
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . 30
- Přilnavost povlaku na ocelové destičce, stupně . . . . . 3
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze změn v průběhu 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz. SSSR autorské osvědčení č. 138377), může použitím popsané varianty způsobu podle vynálezu doba polymerace 30násobně zkrátit.

#### Příklad 27

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalně produkty pyrolysy ropné frakce petrolej-plynový olej, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 980 kg zmíněné frakce s 20 kg iniciátoru polymerace, obsahujícího 16 kg směsi terc. butylperoxidu a kumenylhydroperoxidu, které jsou ve hmotnostním poměru 1 : 1, jakož i 4 kg molybdenalkylbenzoátu (s počtem atomů uhlíku v postranním řetězci  $C_{12}-C_{16}$ ). Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 2,0 hmot. %, zatím co směs terc. butylperoxidu, kumenylhydroperoxidu a molybdenalkylbenzoátu je v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 4 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 8 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolysy ropné frakce petrolej-plynový olej za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt dané technologie.

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 820
- teplotu měknutí, °C . . . . . 65
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . 500

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzínu, solventnaftě, jakož i v jejich směsi. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 45 s. Viskosita se zjišťuje dříve popsaným způsobem.

K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice. Nanesení povlaku se provede ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkoušejí podle způsobů dříve popsaných. Obdrží se při tom následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:  
do stupně 1 . . . . . 2,5  
do stupně 3 . . . . . 8

- relativní tvrdost povlaku,  
jednotky . . . . . 0,35
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 5
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . . . 50
- přilnavost povlaku na ocelové  
destičce, stupně . . . . . 2
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost povlaku proti vodě . . . . . beze  
změn v průběhu 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377, může použitím výše popsané varianty způsobu doba polymerace 12násobně zkrátit a vý-  
těžek cílového produktu 4násobně zvýšit.

#### Příklad 28

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolysy benzinu, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 980 kg zmíněné frakce s 20 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 10 kg dikumenylperoxidu a 10 kg acetátu vanadu. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 2,0 hmot. %, zatím co dikumenylperoxid a acetát vanadu jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 1 : 1. Homogenní směs produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 80 °C a při této teplotě se udržuje 20 hodin. Během doby prodlení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolysy benzinu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 140 kg, popřípadě 14,0 hmot. % množství výchozí látky.

Pryskyřice vyrobená tímto způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 700
- teplotu měknutí, °C . . . . . 65
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . . . 400

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzínu, solventnaftě jakož i v jejich směsi. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 35 s. Viskosita se měří způsobem dříve popsaným.

K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se na zmíněnou destičku nanese ponořením destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejné látky. Povlaky nanesené na tyto zkušební vzorky se zkouší dříve popsanými způsoby. Obdrží se při tom následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:  
do stupně 1 . . . . . 2  
do stupně 3 . . . . . 8
- relativní tvrdost povlaku,  
jednotky . . . . . 0,4
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . . . 50

- přilnavost povlaku na ocelové  
destičce, stupně . . . . . 2
- sediment, obj. % . . . . . chybí
- odolnost proti vodě povlaku . . . . . beze změn  
v průběhu 24 hodin.

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377), může při použití výše popsané varianty způsobu podle vynálezu doba polymerace 6násobně zkrátit.

#### Příklad 29

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolysy plyných ropných uhlovodíků, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 995 kg zmíněné frakce s 5,5 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 5 kg terc. butylperoxidu a 0,5 kg naftenátu kobaltnatého. Obsah iniciátoru polymerace v reakční směsi je tedy 0,5 hmot. %, zatím co terc. butylperoxid a naftenát kobaltnatý jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 10 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolysy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 250 °C a při této teplotě se udržuje 5 hodin. Během doby prodlení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolysy plyných ropných uhlovodíků za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie.

Pryskyřice vyrobená uvedeným způsobem má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost . . . . . 850
- teplotu měknutí, °C . . . . . 50
- číslo barevnosti podle jodové stupnice . . . . . 350

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v takových nejedovatých rozpouštědlech, jako je lakový benzin, solventnafta, jakož i jejich směs. Viskosita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzínu je 45 s. Viskosita se zjistí dříve popsaným způsobem.

K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzínu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlakem opatří zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky se zkoušejí dříve popsanými způsoby. Obdrží se následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:  
do stupně 1 . . . . . 3  
do stupně 3 . . . . . 7
- relativní tvrdost povlaku,  
jednotky . . . . . 0,4
- pevnost povlaku v ohybu, mm . . . . . 10
- rázová houževnatost povlaku, kg . cm . . . . . 50
- přilnavost povlaku na ocelové  
destičce, stupně . . . . . 2
- sediment, obj. % . . . . . chybí

## 209029

– odolnost povlaku proti vodě ..... beze změn v průběhu 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377) může při použití popsané varianty způsobu podle vynálezu doba polymerace 20tinásobně zkrátit.

## Příklad 30

Polymerní ropná pryskyřice se podle vynálezu vyrobí následujícím způsobem. Jako výchozí látka se použijí kapalné produkty pyrolýsy benzinu, totiž frakce s teplotou varu 10 až 190 °C. Smíchá se 989 kg zmíněné frakce s 11 kg iniciátoru polymerace, který obsahuje 10 kg směsi kumenylhydroperoxidu a isopropylbenzenu ve hmotnostním poměru 1 : 1 a 1 kg naftanátu hořečnatého. Reakční směs obsahuje tedy 1,1 hmot. % iniciátoru polymerace, přičemž směs kumenylhydroperoxidu a isopropylbenzenu jakož i naftanát hořečnatý jsou v iniciátoru polymerace ve hmotnostním poměru 10 : 1. Homogenní směs kapalných produktů pyrolýsy a iniciátoru polymerace se zahřeje na teplotu 160 °C a při této teplotě se udržuje 15 hodin. Během doby prodloužení dochází k polymeraci kapalných produktů pyrolýsy benzinu za vzniku pryskyřice. Nezpolymerované uhlovodíky se oddělí destilací ostrou párou. Polymerní ropná pryskyřice, která zůstane ve zbytku, představuje cílový produkt této technologie. Výtěžek cílového produktu je 167 kg, popřípadě 16,7 hmot. % množství výchozí látky.

Tímto způsobem vyrobená pryskyřice má následující hodnoty:

- relativní molekulovou hmotnost ..... 740
- teplotu měknutí, °C ..... 64
- číslo barevnosti podle jodové stupnice .. 300

Mimo jedovatá rozpouštědla se získaná pryskyřice dobře rozpouští v nejedovatých rozpouštědlech, jako v lakovém benzinu, solventnaftě jakož i v jejich směsi. Viskozita 60% roztoku pryskyřice v lakovém benzinu je 40 s. Viskozita se zjišťuje dříve popsáním způsobem.

K nanesení povlaku na ocelovou destičku se použije 60% roztok pryskyřice v lakovém benzinu. Povlak se nanese ponořením zmíněné destičky do roztoku pryskyřice. Stejným způsobem se povlak nanese na zkušební vzorky, vyrobené ze stejného materiálu. Povlaky nanesené na zkušební vzorky tímto způsobem se zkoušejí způsoby dříve popsanými. Obdrží se při tom následující výsledky zkoušek:

- Vysoušecí doba při teplotě 20 °C, h:
  - do stupně 1 ..... 2
  - do stupně 3 ..... 6
- relativní tvrdost povlaku,
  - jednotky ..... 0,4
- pevnost povlaku v ohybu, mm ..... 10
- rázová houževnatost, kg . cm ..... 45
- přilnavost povlaku na ocelové destičce,
  - stupně ..... 2
- sediment, obj. % ..... chybí
- odolnost povlaku proti vodě ..... beze změn po 24 hodin

Uvedené údaje svědčí o tom, že se ve srovnání se známou technologií (viz SSSR autorské osvědčení č. 138377), může použitím popsané varianty způsobu podle vynálezu doba polymerace 7 násobně zkrátit.

Uvedené příklady jsou pouze některé příklady použití vynálezu. Jsou možné také jiné varianty a modifikace, přičemž však podstata vynálezu a způsob podle vynálezu zůstávají v rámci dále uvedeného předmětu vynálezu.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby polymerních ropných pryskyřic polymerací kapalných produktů pyrolýsy ropných uhlovodíků za jejich zahřívání v přítomnosti iniciátoru polymerace obsahujícího alespoň jednu organickou peroxidovou sloučeninu, následným oddělováním cílového produktu, vyznačený tím, že se jako kapalné produkty pyrolýsy ropných uhlovodíků používají frakce s teplotou varu 10 až 190 °C a během polymerace se používá iniciátor polymerace obsahující alespoň jednu kovovou sůl organické kyseliny.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako iniciátor polymerace použije směs organické peroxidové sloučeniny a kovové soli organické kyseliny, které jsou ve hmotnostním poměru 1 : 1 až 19 : 1.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačený tím, že se zmíněný iniciátor polymerace do reakční směsi vnáší v množství 0,2 až 2,0 hmotnostních procent.

4. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačený tím, že se

jako kovová sůl organické kyseliny použije sůl alkalického kovu anebo kovu alkalické zeminy anebo kovu s proměnnou valencí naftenové kyseliny, popřípadě mastné kyseliny, aromatické, popřípadě nenasycené kyseliny, popřípadě směsi zmíněných kyselin.

5. Způsob podle bodu 4, vyznačený tím, že iniciátor polymerace použitý při polymeraci obsahuje navíc ještě směs solí alkalického kovu a kovu s proměnnou valencí.

6. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako kapalné produkty pyrolýsy ropných uhlovodíků použije směs frakce s teplotou varu 20 až 65 °C a frakce s teplotou varu 130 až 190 °C.

7. Způsob podle bodu 6, vyznačený tím, že se při polymeraci jmenované směsi frakcí použije iniciátor polymerace obsahující peroxidovou organickou sloučeninu a kovovou sůl organické kyseliny ve hmotnostním poměru 1 : 1 až 5 : 1.

8. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako kapalné produkty pyrolýsy ropných uhlovodí-



ků použijí frakce s teplotou varu 130 až 190 °C.

9. Způsob podle bodu 8, vyznačený tím, že se při polymeraci frakcí s teplotou varu 130 až 190 °C použije iniciátor polymerace, který obsahuje orga-

nickou peroxidovou sloučeninu a kovovou sůl organické kyseliny ve hmotnostním poměru 10 : 1 až 19 : 1.