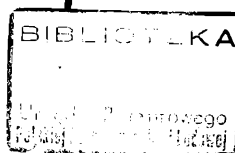


10 grudnia 1931 r.

carf 29/26

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14797.

Kl. ~~39 b 22.~~

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

39 b 29/26

Sposób otrzymywania sztucznych mas.

Zgłoszono 12 sierpnia 1930 r.

Udzielono 17 października 1931 r.

Pierwszeństwo: 14 sierpnia 1929 r. (Niemcy).

Wykryto, że przez traktowanie alkoholi poliwinilowych wspólnie aldehydami oraz ciałami, dającymi się z aldehydami kondensować, otrzymuje się cenne sztuczne masy. Na alkohol poliwinilowy można oddziaływać naprzód aldehydem a potem ciałem, dającym się kondensować z aldehydem. Można też oddziaływać na alkohol poliwinilowy produktem kondensacji, powstałym w drodze oddziaływania aldehydu na ciało z nim kondensujące. Związkami kondensującymi się z aldehydami są przede wszystkim fenole oraz ich pochodne, aminy alifatyczne i aromatyczne, jak anilina, aminy kwasów, jak mocznik, tiomocznik, amina

kwasu para-toluenosulfonowego, a również substancje wysokocząsteczkowe, jak żelatyna, kazeina, skrobia, śluz roślinny, o ile posiadają one zdolność kondensacji z aldehydem. Dla otrzymania produktów nierozpuszczalnych, trzeba zastosować odpowiednie warunki. Dodaje się wtedy taką ilość aldehydu, zwłaszcza aldehydu mrówkowego, i ogrzewa masę dopóty, aż powstanie produkt, nierozpuszczalny w wodzie. Chcąc natomiast otrzymać produkt końcowy, rozpuszczalny jeszcze w wodzie, kondensację prowadzi się w takich warunkach, by produkt przemiany był, wprowadzając znacznie bardziej lepki, ale rozpuszczalny

się jeszcze w wodzie. Temperatury, zapewniające najpomyślniejsze przeprowadzenie reakcji, wynoszą naogół od 50 do 100°C.

Małe ilości katalizatorów, jak kwasów nieorganicznych lub organicznych, przyspieszają reakcję przemiany. Można przypuszczać, że reakcja przemiany odbywa się w ten sposób, że kondensacja aldehydu zachodzi tak z alkoholem poliwinilowym, jak i z drugim zdolnym do reakcji ciałem, przyczem od innych warunków doświadczenia zależy, czy kondensacja zachodzi równocześnie obustronnie, czy też naprzód z jednym składnikiem a następnie z drugim.

Nie jest konieczne równoczesne mieszanie i wzajemne oddziaływanie na siebie wszystkich składników. Można postępować również w ten sposób, że miesza się je, względnie pozwala oddziaływać na siebie, kolejno albo lepiej w kolejności, zależnej od zamierzonego wyniku.

Można np. postępować w ten sposób, że naprzód oddziaływa się aldehydem przez pewien czas na wodny roztwór alkoholu poliwinilowego, a następnie dopiero dodaje się trzeciego składnika, np. fenolu lub również i aminy. Albo też pozwala się naprzód reagować aldehydowi z nowym składnikiem fenolem lub aminą, a następnie oddziaływa się otrzymanym produktem kondensacji na alkohol poliwinilowy.

Można także postępować w ten sposób, że tworzenie się alkoholu poliwinilowego i łączenie jego z innymi składnikami uskutecznia się w jednym zabiegu.

Wprowadzenie składnika, reagującego z aldehydami (fenolu, mocznika i t. d.), do zespołu prowadzi do związków o zupełnie swoistych własnościach. Dodatek fenolu wywołuje powstawanie ciał o charakterze fenolowym. Otrzymane przytem ciała posiadają np. zdolność sprzęgania się z grupą dwuazową, kwasową lub alkilową przy wodorotlenku aromatycznym, dają się również sulfonować i posiadają między innymi własności garbnikowe. Przez reakcję alkoho-

łów poliwinilowych z aldehydami i mocznikiem lub aminami otrzymuje się wysoko-cząsteczkowe związki azotowe. Otrzymuje się przytem produkty o najrozmaitszych własnościach stosownie do tego, czy jako materiały wyjściowe stosowano ciała, zawierające azot, alifatyczne lub aromatyczne, czy też zawierające azot alkilowy lub kwasowy, pierwszorzędowy, drugorzędowy lub trzeciorzędowy.

Przykład I. 25 części wagowych alkoholu poliwinilowego rozpuszcza się na ciepło w 225 częściach wagowych wody, dodaje do miernie lepkiego 10% -owego roztworu 50 części wagowych 30% -owego aldehydu mrówkowego oraz 10 części wagowych mocznika i otrzymany jednorodny roztwór ogrzewa się, mieszając tak długo na łaźni wodnej w temperaturze około 90—100°C, aż wydzieli się żel masa żelatynowa o szybko wzrastającej ciągliwości. Otrzymany produkt kondensacji przemywa się wodą i suszy w próżni w temperaturze 50—60°C. Przedstawia on wówczas jasną białawą masę rogowatą, dającą się rozdrobnić i sproszkować. Jest ona we wszystkich rozpuszczalnikach nierozpuszczalna, nie jest topliwa, ale przy zastosowaniu podwyższonej temperatury (i podwyższonego ciśnienia) daje się prasować na jednolite przedmioty, odznaczające się wielką sprężystością i odpornością na wpływy chemiczne i natężenia mechaniczne.

Przykład II. 25 części wagowych alkoholu poliwinilowego rozpuszcza się 225 częściach wagowych wody, dodaje do roztworu 25 części wagowych 30% -owego aldehydu mrówkowego i 7 części wagowych mocznika i ogrzewa mieszaninę, mieszając 2 — 3 godzin przy 40—50°C. Roztwór jest jeszcze jasny i jednorodny, staje się jednak znacznie bardziej lepki i nadaje się doskonale do wytwarzania emulsji, klejenia, apretowania i drukowania.

Przykład III. Do 200 części wagowych wodnego 15% -owego roztworu alkoholu po-

liwinilowego dodaje się 25 części wagowych wodnego 50%-owego roztworu glioksalu i utrzymuje roztwór tak długo w temperaturze 50—60°C, aż lepkość jego podwoi się. Następnie dodaje się 12 części wagowych tiomocznika i utrzymuje teraz jeszcze 1—2 godzin w tej samej temperaturze. Lepkość roztworu zwiększa się dalej, tak że należy go na koniec rozcieńczyć zapomocą tej samej ilości wody.

Przykład IV. 300 części wagowych wodnego roztworu alkoholu poliwinilowego, opisanego w przykładzie II, miesza się z 50 częściami wagowymi aldehydu mrówkowego i 50 częściami wagowymi fenolu, potem dodaje 1,5 części wagowych amoniaku i gotuje tak długo z zastosowaniem chłodnicy zwrotnej, aż się wydzieli osad żywicowaty. Osad ten urwala się od znajdującego się nad nim roztworu wodnego i suszy go dobrze w próżni przy 50—60°C. Otrzymany produkt przedstawia masę plastyczną, dającą się zmiękczać i którą można przez nagrzewanie pod ciśnieniem wygniatać i prasować w jednolite przedmioty, odznaczające się wielką elastycznością i odpornością na przewodzenie prądu elektrycznego.

Przykład V. 45 części wagowych bardzo lepkiego alkoholu poliwinilowego emulguje się dokładnie w 300 częściach wagowych etanolu i dodaje potem, mieszając dokładnie, po zadaniu 0,5 częściami wagowymi wodnego roztworu chlorowodoru, 105 części wagowych aldehydu benzoowego. Miesza się następnie tak długo przy 50—60°C, aż się wytworzy jasny lepki roztwór. Potem dolewa się 55 części wagowych krezolu technicznego i utrzymuje roztwór kilka godzin w słabym wrzeniu. Jasny roztwór lakieru można, ewentualnie po zobojętnieniu obecnego kwasu solnego, bezpośrednio używać jako lakieru. Powstały produkt kondensacji można też wydzielić przez oddestylowanie alkoholu, przemycie pozostałości wodą i następujące suszenie. Otrzymuje się zabarwioną, czerwono-

żółtą żywicę, rozpuszczalną dobrze w rozpuszczalnikach lakierów, nierozpuszczalną jednak w alkaliach. Można ją stosować do wytwarzania bardzo odpornych lakierów elastycznych.

Przykład VI. W wodnym roztworze alkoholu poliwinilowego, opisanym w przykładzie II, rozpuszcza się 30 części wagowych rezorcyny i 20 części wagowych aldolu, dodaje 1 część wagową stężonego kwasu solnego i utrzymuje jasny roztwór 1—2 godzin przy 70—75°. Przezroczysty początkowo roztwór nabiera szybko lepkości, poczem wydziela białawą podobną do żywicy masę. Masę tę wymywa się starannie gorącą wodą i suszy. Rozpuszcza się ona w alkoholu i alkaliach i daje się stosować do emulgowania, klejenia, apretowania i drukowania.

Przykład VII. 60 części wagowych alkoholu poliwinilowego o średniej lepkości, otrzymanego przez zmydlenie octanu poliwinilowego, a zawierającego jeszcze około $\frac{1}{3}$ obecnych pierwotnie grup acetylowych, rozpuszcza się w 200 częściach wagowych wody, do tego dodaje się 85 części wagowych aminy kwasu p-toluenosulfonowego, 80 części wagowych 40%-owego aldehydu mrówkowego i 1,5 części wagowych 50%-owego kwasu siarkowego. Masę tę utrzymuje się kilka godzin we wrzeniu. Następnie usuwa się części lotne wdmuchiwaniami pary wodnej, usuwa zapomocą przemywania wodą kwas, a pozostałość żywicowatą suszy się. Otrzymuje się stałą jasną żywicę, rozpuszczającą się dobrze w rozpuszczalnikach lakierów i nadającą się do wytwarzania trwałych, bardzo odpornych na działanie światła lakierów.

Przykład VIII. 45 części wagowych alkoholu poliwinilowego, otrzymanego przez zmydlenie chlorooctanu poliwinilowego, miesza się z 300 częściami wagowymi metanolu i 50 częściami wagowymi aldehydu octowego, do tego dodaje 2 g kwasu mle-

kowego i miesza mieszaninę przez pewien czas przy 50 — 60°C. Po rozpuszczeniu dodaje się 50 części wagowych aniliny i utrzymuje mieszaninę jeszcze przez 2 godziny na łaźni wodnej w słabym wrzeniu. Masę reakcyjną obrabia się dalej, jak opisano w przykładzie poprzednim. Otrzymuje się żółtawo-brunatnie zabarwioną żywicę, nadającą się do wytwarzania dobrze przylegających lakierów.

Przykład IX. 300 części wagowych 15%-owego roztworu alkoholu poliwinilowego miesza się z 80 częściami wagowymi aldehydu mrówkowego i utrzymuje roztwór, mieszając przez pewien czas przy 50°C, aż lepkość jego się podwoi. Do tego dodaje się roztwór 40 części wagowych kazeiny w 300 częściach wagowych wody, i utrzymuje mieszaninę tak długo w słabym wrzeniu, aż wydzieli się rogowata masa. Po wysuszeniu masa nadaje się dobrze jako materiał do wytwarzania przedmiotów prasowanych.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania sztucznych mas, znamienny tem, że alkohole poliwinilowe traktuje się wspólnie aldehydami i takimi ciałami, które można kondensować z aldehydami.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że na alkohol poliwinilowy działa się naprzód aldehydem a następnie ciałem, dającym się kondensować z aldehydem.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że na alkohol poliwinilowy działa się produktem kondensacji, otrzymanym przez działanie aldehydu na kondensujące z nim ciało.

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