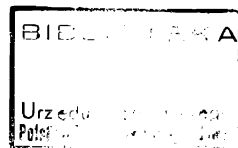


14 listopada 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ *CO9d 3/52*
OPIS PATENTOWY *22g, 3/52*

Nr 2399.

Bakelite Gesellschaft mit beschränkter Haftung
(Berlin, Niemcy).

Kl. ~~22~~ 13.

22g, 3/52

Sposób wyrobu lakierów i pokostów.

Zgłoszono 2 maja 1923 r.

Udzielono 4 lipca 1925 r.

Do wyrobu lakierów i pokostów stosowano już żywicowe produkty kondensacyjne z fenolu i aldehydu mrówkowego. Najlepiej nadają się do tego produkty kondensacyjne, otrzymywane przy zastosowaniu zasad lub zasadowo działających związków, jak sole, rozszczepiające się hydrolytycznie. Istnieją dwa rodzaje takich żywic: jedne przez ogrzewanie mierne przy dłuższem ogrzewaniu mogą być przeprowadzone w nierozpuszczalne produkty końcowe, do drugiej klasy należą żywice, które przez ogrzanie mogą być szybko przeprowadzone w produkty końcowe.

Sposób niniejszy polega na tem, że żywice, powstające w obecności zasadowo działających środków kondensacyjnych przerabia się kwasami lub związkami, od-

działającymi kwas lub kwaśno reagującymi w takich warunkach, że zasadowe składniki zostają całkowicie lub częściowo związane, nie wywołując jednak zwykle przyspieszonego pod działaniem kwasu tworzenia się nierozpuszczalnego i nieroztopiającego się produktu końcowego.

Otrzymane żywice zostają następnie rozpuszczone w środkach rozpuszczających i mogą być stosowane jako lakiery lub pokosty.

Ilość kwasu może zmieniać się w granicach warunków, istniejących dla uniknięcia tworzenia się nierozpuszczalnych produktów końcowych, przy dalszem podgrzewaniu, w zależności czy zamierza się wytwarzać lakiery i pokosty, które także przy dalszem rozgrzaniu nie przechodzą

natychmiast w nierozpuszczalny produkt końcowy, lub czy zamierza się wyrabiać lakiery i pokosty, które przez dalsze podgrzanie należy przerobić na produkt końcowy.

Kwasy lub kwaśno działające ciała mogą być czynne dopiero, gdy tworzenie się żywicy z fenolu i aldehydu mrówkowego pod wpływem środków kondensacyjnych, o działaniu zasadowym już uskutecznione. Można także dodawać kwaśno działające ciała, gdy żywice oddzielone są od wodnistej płyny w postaci olejów lub gdy przez zgotowanie masy reakcyjnej otrzymano żywice w stanie gotowym. Można zastosować płókanie żywicy.

Jak zaznaczono, ilość dodawanego kwasu lub ciała o kwasowym działaniu zależy od tego, czy zamierza się otrzymać żywice zdatne lub nie zdatne do twardnienia. Po za tem ilość kwasu zależną jest od charakteru jego lub ciała o działaniu kwasowym; kwas borowy, fosforowy, szczawiowy, cytrynowy, ogółem mówiąc, kwasy z niskim współczynnikiem dysocjacyjnym elektrolitycznym można stosować w stosunkowo dużym nadmiarze, bez obawy wytwarzania nierozpuszczalnego produktu końcowego. Stosując natomiast kwasy o wysokim elektrolitycznym współczynniku dysocjacyjnym, jak kwas solny lub siarkowy, można dodawać je tylko najwyżej do momentu rozpoczęcia zubożenia. Stosować można kwasy stałe płynne lub gazowe, jak kwasy organiczne lub mineralne, np. kwas szczawiowy, cytrynowy, siarkowy, solny, siarkawy. Można także stosować ciała, oddzielające kwasy, lub też wykazujące kwaśną reakcję, np. dwusiarczan alkaliczny, kwaśny sól lub potas fluorowodorowy, wodorotlenek chlorobetańowy, chlorki kwaśne i t. p. połączenia.

Kondensację przeprowadza się sposobem zwykłym.

Wobec tego można do wyrobu żywicy stosować fenol lub jego homologi, jak kre-

zol. Jako aldehyd można stosować aldehyd mrówkowy oraz jego polimery, jak paraldehyd mrówkowy, trioksymetylen (w jego różnych odmianach), heksametylenotetraminę i t. d.

Żywice w myśl niniejszego sposobu wykazują wyższy punkt topliwości, niż żywice otrzymywane bezpośrednio przez kondensację alkaliczną. Wobec tego lakiery i pokosty także trudniej zmiękczyć. Lakiery i pokosty oraz ich suche warstwy są prawie bezwonne. Można je stosować z korzyścią jako lakiery, stosowane na zimno, politory oraz namiastek szelaku. Lakiery są odporne na światło.

Ilość dodawanych kwasów lub kwaśnych ciał zależy od stopnia ich kwasowości oraz od tego, czy zamierza się wytwarzać żywice twardniejące czy nietwardniejące. Należy dodawać tylko tyle kwasu, żeby nierozpuszczalne i niemożliwe do stopienia produkty końcowe nie tworzyły się natychmiast. Silne kwasy mineralne, jak kwas solny lub siarkowy, można stosować najwyżej w nadmiarze około 0,1% wagi żywicy. Mniej silne kwasy mineralne i niektóre kwasy organiczne można stosować w nadmiarze 1,2%. Słaby organiczny kwas, jak mleczny i jabłkowy można dodawać w ilości odpowiadającej $\frac{1}{4}$, a nawet $\frac{1}{2}$ ilości żywicy. Oczywiście należy dodawać tyle kwasu, żeby żywica i lakier wykazywały dostateczne podwyższenie się punktu stapania oraz były łatwe do sproszkowania i trwałe na światło.

Przykład I. 300 g fenolu skrzystalizowanego rozgrzewa się wraz z 240 g 40% wodnistej aldehydu mrówkowego oraz 6 ccm dwunormalnego roztworu węglanu sodu w ciągu około godziny pod chłodnicą zwrotną, aż do wrzenia. Po uskutecznionej kondensacji, której zakończenie poznać można po zawiesistości i zmętnieniu płynu, dodaje się 6 ccm podwójnie normalnego kwasu solnego i podgrzewa dalej na chłodnicy zwrotnej. Następuje ostudzenie, zla-

nie wody i wypłókanie żywicy. Celowem jest zgęstnienie płynu w próżni. Otrzymuje się żywicę zdatną do twardnienia, rozpuszczającą się łatwo w alkoholu lub acetonie. Rozczyny te tworzą lakiery i pokosty.

Przykład II. Biorąc te same składniki początkowe, jak pod I) dodaje się 9 ccm dwunormalnego kwasu solnego po uskutecznionej kondensacji.

Przykład III. Miesza się 300 g fenolu w kryształach, 240 g wodnisteo 40% aldehydu mrówkowego i dodaje 6 g pirydyny. Gotuje się mieszaninę w ciągu godziny na chłodnicy zwrotnej. Następnie dodaje się 20,4 kwasu mrówczanego 25%, pracując dalej według przykładu I.

Przykład IV. Należy kondensować jak w przykładzie III i zmieszać z 29,5 ccm 25% kwasu mrówczanego, a dalej postępować według przykładu I.

Organicznymi kwasami, które można stosować w sposobie niniejszym, są np. kwas salicylowy, stearynowy, palmitynowy, olejowy włącznie z lniano-olejowym, żywicowy, octowy (kwas octowy krystaliczny). Brać można nie tylko kwasy karbonowe, lecz ogólnie związki o reakcji kwaśnej (np. chlorki kwasowe).

Przykład V. 500 części krezolu na wagę i 350 części (na wagę) 40% aldehydu mrówkowego rozgrzewa się z 25 częściami objętościowymi 22% amonjaku pod chłodnicą zwrotną, aż do wrzenia i następnie dodaje 350 g sproszkowanego kwasu żywcowego (kalafonja). Potem gotuje się całość w ciągu 5 minut po całkowitem rozpuszczeniu kwasu żywcowego pod chłodnicą zwrotną, zlewa wodę wydzieloną i masę poddaje sparowaniu, dopóki nie stanie się przezroczystą, a próba w zimnej wodzie łąmie się dobrze.

Pierwsze skondensowanie i przeróbka z kwasem może być przeprowadzona także w zimnie.

Przykład VI. 100 części kwasu karbo-

lowego i 72 części 40% (na wagę) aldehydu mrówkowego podgrzewa się z 1 częścią 33¹/₃% wodnisteo rozczyu dimetylaminoowego, aż do zmętnienia (mniej więcej w ciągu kwadransa) pod chłodnicą zwrotną. Następnie dodaje się 40 części kwasu olejowego, a mieszaninę raz jeszcze gotuje w ciągu mniej więcej 5 minut pod chłodnicą zwrotną. Całą masę zgęszcza się potem np. w próżni odparowuje aż do dostatecznej twardości.

Powyższy sposób można także tak przeprowadzać, że otrzymuje się żywice, rozpuszczalne w benzolu, olejach tłustych, mineralnych, eterowych, a tem samem i lakiery w tych środkach rozpuszczających. Wtedy w przykładach 5 i 6 stosuje się jako kwasy, kwas organiczny, rozpuszczalny w benzolu. Do pierwszej kondensacji używa się z korzyścią lotnych zasadowych środków kondensacyjnych, mimo że sposób można przeprowadzać także z pomocą nielotnych środków zasadowych. Ilość kwasu należy i w tym wypadku tak dobrać, aby była niedostateczną dla przemienienia żywicy rozpuszczalnej na nierozpuszczalną, nie stapiającą się.

Żywice można z łatwością rozpuścić w benzolu, kerozynie, oleju terpentynowym lub mieszaninach tego rodzaju.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania lakierów i pokostów z produktów kondensacyjnych fenoli i aldehydów, znamieny tem, że fenole i aldehydy kondensuje się zapomocą zasadowo działających środków kondensacyjnych, a po oddziaływaniu zasady dodaje, celem uzyskania żywic twardniejących, kwasy lub ciała działające jak kwasy, w takiej ilości, która przy zastosowaniu silnych kwasów mineralnych, jak H_2SO_4 , HCl , wystarcza najwyżej do zobojętnienia zasady, użytej jako środek kondensacyjny, przy zasto-

sowaniu zaś słabych kwasów mineralnych lub organicznych, kwasu bornego, fosforowego, szczawiowego i t. d., w ilości do 1,2%, a przy zastosowaniu bardzo słabych kwasów, kwasu mlecznego, jabłkowego, aż do 25% wagi produktu kondensacji, przy czem wydzieloną żywicę rozpuszcza się, dla wytworzenia lakierów i pokostów, w alkoholu, acetonie lub podobnych rozpuszczalnikach.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że celem uzyskania nie twardniejących żywic lub lakierów dodaje się przy zastosowaniu kwasów mineralnych nadmiar ich w ilości aż do 0,1%, przy zastosowaniu kwasów słabych i organicznych w ilości do 2%, bardzo zaś słabych w ilości przewyż-

szającej 25% ilości produktu kondensacyjnego.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że dla wyrobu produktów kondensacyjnych, zdatnych do stopienia i rozpuszczalnych w benzolu, a także w tłustych, mineralnych i eterowych olejach, uzyskanych z fenolu i aldehydu mrówkowego, działa się na produkty kondensacyjne, utworzone z pomocą zasadowo działających, najlepiej lotnych, środków kondensacyjnych, kwasami organicznymi, rozpuszczalnymi w benzolu.

Bakelite Gesellschaft
mit beschränkter Haftung.

Zastępca: Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.