

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

57075

Patent dodatkowy
do patentu _____

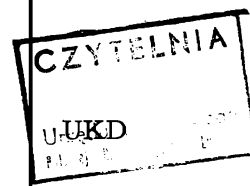
Zgłoszono: 06. VII. 1966 (P 115 456)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10. VI. 1969

Kl. 12 q, 21

MKP C 07 c 39/06



Współtwórcy wynalazku: mgr Stanisław Wojdyło, mgr inż. Gwidon Ludwisiak, mgr Leszek Przybylak, mgr inż. Piotr Holwek

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Organica” Spółdzielnia Pracy, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania fosforanu trójksylenoli

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania fosforanu trójksylenoli z frakcji ksylenolowej, otrzymywanej przy procesie destylacji kamiennego węgla.

W przemyśle gumowym i tworzyw sztucznych stosuje się w bardzo szerokiej skali plastyfikatory, spełniające rolę zmiękczaczy przy przeróbce i obróbce tak kauczków, jak i tworzyw sztucznych.

Dotychczas jednym z najczęściej stosowanych plastyfikatorów był fosforan trójkrezylu. Do jego wytwarzania były używane frakcje krezolowe i związki fosforowe, przy czym w procesie stosowano surowce wysokogatunkowe o dużym stopniu czystości.

Zaletą sposobu według wynalazku jest zastosowanie mieszaniny ksylenoli i krezoli w postaci frakcji ksylenolowej otrzymywanej przy destylacji węgla kamiennego.

Proces estryfikacji frakcji ksylenolowej przeprowadza się w kwasoodpornych autoklawach w temperaturze od 250 do 280°C, stosując surowce w stosunkach stechiometrycznych.

Do estryfikatora zaopatrzonego w mieszaninę, termometr oraz w zwrotną chłodnicę, ładuje się tlenochlorek fosforu i frakcję ksylenolową przy zachowaniu stosunku molowego frakcji ksylenolowej do tlenochloru fosforu jak 3:1. Po załadowaniu estryfikatora mieszaninę reakcyjną podgrzewa się i podnosząc stopniowo temperaturę, przeprowadza się estryfikację w temperaturze 250—280°C, aż do chwili ustania wydzielania się chlorowodoru. Na-

2

stępnie po ostudzeniu aparatu do temperatury otoczenia, zawartość przemywa się rozcieńczonym roztworem ługu sodowego. Po zsyfonowaniu górnej warstwy pozostałość przemywa się zwykłą wodą o temperaturze otoczenia aż do otrzymania obojętnego odczynu. Zobojętniony i wymyty produkt destyluje się pod próżnią do najwyższej 14 mm słupa rtęci odbierając przedgon i frakcję właściwą, która wrze pod próżnią 7—8 mm słupa rtęci w temperaturze 270—285°C.

Fosforan trójksylenoli wytworzony sposobem według wynalazku znajduje zastosowanie jako plastyfikator przy przeróbce kauczków, tworzyw sztucznych oraz do produkcji wyrobów ze zmiękzonego polichloru winylu. Dużą zaletą nowego plastyfikatora jest jego niepalność. Otrzymany plastyfikator posiada następujące cechy: kwasowość 0,7 mg NaOH/g, ilość części lotnych 0,03—0,27%, zawartość popiołu 0,97—1,3%, wyciąg wody z popiołu obojętny, gęstość w temperaturze 15°C 1,444—1,166 g/cm³, a współczynnik refrakcji w 20°C 1,5486—1,5532.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania fosforanu trójksylenoli **znamienny tym**, że frakcję ksylenolową poddaje się bezpośredniej ekstryfikacji stosując na 3 części wagowe frakcji ksylenolowej 1 część wagową tlenochloru fosforu, przy czym proces prowadzi

się w temperaturze 250—280°C aż do ustania wydzielania się chlorowodoru, a następnie po ochłodzeniu mieszaniny reakcyjnej do temperatury otoczenia, przemywa się ją rozcieńczonym roztworem

ługu sodowego, a po oddzieleniu górnej warstwy, pozostałość przemywa się wodą, po czym obojętny i przemyty produkt destyluje się pod próżnią do 14 mm słupa rtęci.