

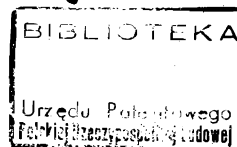
2

10 września 1930 r.

URZĄD PATENTOWY



C08g 37/08



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 12252.

Kl. ~~39 b 22.~~

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

39 b⁵ 37/08

Sposób wytwarzania sztucznych mas utwardzonych.

Zgłoszono 8 września 1928 r.

Udzielono 24 czerwca 1930 r.

Pierwszeństwo: 29 września 1927 r. (Niemcy).

Sztuczne masy utwardzone o pożytecznych właściwościach można uzyskać przeprowadzając żywiczne kwasy karbonowe, wytworzone przez reakcję wymienną między fenolaldehydami sztucznymi żywicami a chlorowcokwasami tłuszczowymi lub pomiędzy fenolooksykwasem tłuszczowym a aldehydem mrówkowym, w ich połączenia amonowe, rozpuszczalne w wodzie, i ogrzewając te ostatnie z domieszanymi materiałami wypełniającymi, lub bez nich, do temperatury ponad 100°.

Wytwarzanie połączeń amonowych odbywa się przez nasycanie wolnej grupy karboksylowej amonjakiem lub jego po-

chodniami, jak np. metyloaminą najlepiej w roztworze wodnym.

Otrzymany w ten sposób obojętny i klarowny roztwór wodny można dowolnie rozcieńczać i stężyć. Po odparowaniu wody i ogrzaniu pozostałości w temperaturze od 100 — 200° (najodpowiedniejsza jest temperatura od 150 — 160°) pozostałość ta tężeje, jako ciało całkowicie nietopliwe i nierozpuszczalne.

Jeżeli do roztworu wodnego soli amonowych żywic, zawierających grupę karboksylową, doda się domieszek wypełniających, np. jeżeli napuści się papkę papierową temi roztworami wodnymi i wtłoczy ją

w odpowiednie formy, to uformowane w ten sposób przedmioty dają się również przerobić przez ogrzanie na zupełnie nowe i nieznanne dotychczas materiały sztuczne. W ten sposób można z taniej, technicznie łatwo otrzymywanej papki papierniczej uformować przez impregnację (napuszczenie) wspomnianymi wyżej roztworami przedmioty wszelkiego możliwego kształtu, jak np. rury, skrzynki, puszki, czarki, beczki oraz wszelkiego rodzaju przedmioty użytkowe. Zamiast używania papki papierniczej można również napuszczać roztworem pasma papierowe, a następnie przez naklejanie tych impregnowanych pasm na siebie i utwardzenie ich wytwarzać sztuczne masy. Masy te w nadanej im postaci mają bardzo cenne właściwości, są bowiem całkowicie nieprzepuszczalne dla wody i niezwykle odporne na działania mechaniczne i chemiczne. Zamiast mas papierowych można w razach, gdy zastosowanie materiału na to pozwala, użyć również innych domieszek wypełniających, np. włókien azbestowych, mąki drzewnej, ziemi okrzemkowej, sproszkowanego rogu i t. d. Ponieważ produkty, otrzymane w powyższy sposób przez ogrzanie, posiadają również bardzo nieznaczne przewodnictwo, przeto nadają się także doskonale do celów izolacyjnych w elektrotechnice. Ponadto można ich zamiast szellaku użyć do usztywniania kapeluszy i czapek.

Okazało się ponadto, że opisane powyżej kwasy żywiczne można również przemienić w bardzo cenne masy utwardzone przez ogrzewanie wodnych roztworów ich amonowych pochodnych, zmieszanych z trudnołotnymi, wielowartościowymi alkoholami, jak glikol, gliceryna, mannit, alkohol poliwinylowy, rozpuszczalne w wodzie węglowodory. Utwardzenie może być uskutecznione także w tych wypadkach w obecności domieszek wypełniających lub bez nich.

Jeżeli żywice fenoloaldehydowe, zawierające grupę karboksylową, rozpuści się nie w wodnym roztworze amoniaku lecz w alkoholu etylowym i doda molekularnie równoważną ilość gliceryny lub równoważną ilość innego wielowartościowego, trudnołotnego alkoholu, jak pentaerytryt, to przy analogicznej dalszej przeróbce otrzyma się podobne wartościowe produkty. Oczywiście można przy niektórych zastosowaniach nie używać rozpuszczalników.

Szczególnie elastyczne materiały otrzymuje się przez zastosowanie, jako wielowartościowego alkoholu, alkoholu poliwinylowego, otrzymanego przez zmydlenie octanu poliwinylowego.

Przykład I. 120 części wagowych sztucznej żywicy, otrzymanej przez działanie 140 części wagowych 30%-owego aldehydu mrówkowego na 110 części wagowych krezolu (technicznego) w obecności alkaliów rozpuszcza się w 250 częściach wagowych stężonego ługu sodowego (42° Bé) i 260 częściach wagowych wody. Do klarownego, nieco lepkiego roztworu dodaje się przy 50 — 60° powoli porcjami 90 części wagowych kwasu chlorooctowego. Przy każdorazowej dawce następuje podwyższenie temperatury; wykipienia unika się w ten sposób, że niedopuszcza się do podwyższenia temperatury ponad 80°, natomiast po dodaniu całej ilości utrzymuje się temperaturę jeszcze około 20 minut na poziomie 100 — 102°. Klarowny roztwór rozcieńcza się zimną wodą do kilkukrotnej jego objętości, a następnie wytworzony kwas żywiczny wytrąca się przez dodanie kwasu solnego aż do reakcji kwasnej. Przez wypłókanie uwalnia się kwas żywiczny od składników nieorganicznych, jak NaCl . Wilgotną jeszcze masę wprowadza się teraz do wodnego roztworu amoniaku w temperaturze umiarkowanej podwyższonej (60 — 65°). Ilość amoniaku winna być równoważna ilości kwasu żywicznego, t. j. winna wynosić około 17 czę-

ści wagowych 100%-owego amonjaku. Ale już mniejsza jego ilość wystarcza do uzyskania klarownego roztworu, który reaguje wówczas kwaśno wobec obecności wolnego kwasu karbonowego. Roztwory kwaśne lub obojętne można użyć bezpośrednio jako takie, można je jednak również zależnie od potrzeby stężyć lub rozcieńczać. Można ich użyć do napuszczenia (impregnacji) papki papierowej, tkanin, do sporządzania lakierów, gdyż roztwór daje się z łatwością nakładać na powierzchnie i wysycha na nich jako gładka i połyskująca powłoka, która po ogrzaniu mniej więcej do 150° staje się nietopliwa i nierozpuszczalna. Celem otrzymania produktu w stanie stałym, wolnym od wody, wystarczy go odparować, a czynność tę celem uniknięcia przegrzania przeprowadza się najlepiej w próżni. Produkt bezwodny przedstawia się jako suchy proszek, rozpuszczalny łatwo w wodzie, który przy ogrzaniu ponad 100° staje się nierozpuszczalny i nietopliwy i wydziela przy tej czynności amonjak oraz nieco skroplin. Produkt ma tę wyższość nad sztuczną żywica, znaną pod nazwą bakelitu, że do sporządzenia roztworów nie używa się drogiego, organicznego rozpuszczalnika.

Przykład II. Żywiczny kwas karbonowy, wytworzony według przykładu I, można rozpuścić zamiast w wodnym roztworze amonjaku w roztworze wodnym pirydyny. Produkty utwardzone, otrzymane przy pomocy tego roztworu, są elastyczniejsze niż produkty, otrzymane według przykładu I, natomiast mniej są odporne na działania chemiczne.

Przykład III. Żywiczny kwas karbonowy, otrzymany przez działanie 30 części wagowych paraldehydu mrówkowego na 100 części wagowych kwasu krezooksytowego w obecności kwasu solnego, rozpuszcza się po uwolnieniu go przez wypłukanie od elektrolitów w 300 częściach wagowych ośmioprocentowego, wodnego roz-

tworu metyloaminy. Roztwór nadaje się podobnie, jak roztwór z przykładu I, do impregnowania materiałów, do sporządzania lakierów i przedmiotów ze sztucznych mas rozmaitego rodzaju.

Przykład IV. Żywiczny produkt, otrzymany przez kondensację równych części wagowych technicznego trójkrezolu i aldehydu mrówkowego (30%-owego) z dodatkiem około 10% alkaliów, miesza się, nie usuwając alkaliów użytych do kondensacji, z dalszą ilością alkaliów w stężonym wodnym roztworze, a mianowicie z taką ilością alkaliów, ażeby całkowita ilość użytych alkaliów odpowiadała równoważnej ilości stosowanego krezolu. Do klarowanego roztworu wodnego wprowadza się w temperaturze około 60—70° równoważną również ilość chlorooctowego wodorotlenku sodowego w stężonym roztworze wodnym. A zatem na produkt kondensacji, otrzymany w umiarkowanej temperaturze (40—50°) ze 108 części wagowych krezolu, 108 takichże części 30%-owego aldehydu mrówkowego, 30 części wagowych stężonego ługu sodowego (42°Bé) przypada dalszych 90 części wagowych ługu sodowego i 116,5 części wagowych chlorooctowego wodorotlenku sodowego. Reakcja wymienna odbywa się przy podanej wyżej temperaturze, jednakże celem przyspieszenia reakcji ogrzewa się mieszaninę jeszcze przez krótki czas po wprowadzeniu chlorooctowego wodorotlenku sodowego do 95—100°. Przez zakwaszenie kwasem solnym wytrąca się wytworzony kwas żywiczny, jako żywiczną masę białawą, kruszącą się na zimnie a przy nieco podwyższonej temperaturze mięknącą. Następnie wymywa się ją, rozpuszcza na ciepło w 400 częściach wagowych 10%-owego wodnego roztworu amonjaku, a otrzymany klarowny roztwór o słabym zapachu amonjaku i słabo zabarwiony miesza się z 25 częściami wagowymi wodnego roztworu alkoholu poliwinylowego. Jeżeli teraz odparuje się roztwór w

temperaturze łaźni wodnej, to pozostanie klarowny osad żywiczny, który przy dalszem ogrzewaniu do 150—170° przechodzi stopniowo w twardą, całkowicie nierozpuszczalną i nietopliwą ale również bardzo elastyczną masę, której można doskonale użyć do sporządzania takich przedmiotów, które powinny być bardzo wytrzymałe na uderzenia i inne mechaniczne natężenia.

Przykład V. 100 części wagowych bakelitu A, wytworzonego z fenolu i aldehydu mrówkowego, wprowadza się w opisany wyżej sposób w reakcję wymienną z kwasem chlorooctowym, a otrzymany kwas żywiczny rozpuszcza się, jak w poprzednim przykładzie, w wodnym roztworze amoniaku. Rozczyn wodny miesza się z 15 częściami wagowymi 97%-owej gliceryny, a mieszaninę rozrabia się z taką ilością zawierającej 22% wody papki papierowej, aby powstała masa o równomiernej konsystencji masy. Masę tę uwalnia się przez wytłaczanie od części roztworu, a pozostający materiał stały wtlacza się w odpowiednie formy i ogrzewa w nich albo też po wyjęciu z nich. W ten sposób otrzymuje się utwardzone przedmioty bardzo odporne na

działania mechaniczne i chemiczne a jednocześnie lekkie.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania sztucznych mas utwardzonych, znamienny tem, że żywice, otrzymane z fenoli, aldehydu mrówkowego i chlorowców kwasów tłuszczowych, a zawierające grupę karboksylową, zobojętnia się amoniakiem lub jego pochodnymi i ogrzewa je do temperatury ponad 100° z domieszkami wypełniającymi lub bez domieszek.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że żywice, otrzymane z fenoli, aldehydu mrówkowego i chlorowców kwasów tłuszczowych a zawierające grupę karboksylową, ogrzewa się w obecności wielowartościowych alkoholów do temperatury ponad 100° wraz z domieszkami wypełniającymi lub bez domieszek.

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

