



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 07.02.78 (P. 204511)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 08.10.79

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1981

Int. Cl.² C08G 63/50

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
P. O. Box 100, 00-900 Warszawa

Twórcy wynalazku: Andrzej Kościelniak, Edward Śmieszek, Franciszek
Ludwik, Bernard Chwaliszewski

Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Tworzyw i Farb, Gliwice
(Polska)

Sposób uzdatniania przekondensowanych żywic alkidowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób uzdatniania przekondensowanych żywic alkidowych modyfikowanych olejami roślinnymi lub kwasami tłuszczowymi tych olejów do produkcji wyrobów lakiernych. Znane jest, że w czasie procesu technologicznego wytwarzania żywic alkidowych występuje niekiedy zjawisko przekroczenia górnej granicy lepkości tych żywic a nawet ich żelowanie, co jest wynikiem zbyt daleko posuniętej reakcji kondensacji. Wysoki stopień przekroczenia wymaganej lepkości żywicy alkidowej pogarsza jej własności lakiernicze do tego stopnia, że może stać się ona nieprzydatna do dalszego zastosowania.

Żelowanie żywicy czyni ją nieprzydatną do użycia i wymaga dodatkowych operacji czyszczenia reaktora. Czas od wyraźnego przekroczenia wymaganej lepkości żywicy do całkowitego żelowania jest zwykle bardzo krótki i wynosi od kilkunastu minut do 1 godziny.

Znany jest sposób obniżenia lepkości żywic alkidowych w czasie procesu ich wytwarzania przez dodanie kałafonii. Sposób ten skuteczny jest tylko przy ograniczonym wzroście lepkości żywicy ponad dopuszczalną górną granicę.

Przy wyższych lepkościach kałafonia bardzo trudno rozpuszcza się w masie reakcyjnej i nie zapobiega żelowaniu żywicy alkidowej. Do wad tego sposobu zalicza się też wzrost liczby kwa-

2

sowej żywicy alkidowej, często powyżej 20 mg KOH/g co obniża jej jakość.

Celem wynalazku jest przywrócenie własności lakierniczych dla wysokoskondensowanych żywic alkidowych.

Sposób według wynalazku polega na dodawaniu do masy reakcyjnej alkoholi jednowodorotlenowych lub eteroalkoholi jednowodorotlenowych o ciężarze cząsteczkowym maksimum 300 i temperaturze wrzenia minimum 433 K (160°C).

Według wynalazku stosuje się alkohol benzytowy, alkohol oleinowy, alkohol oktylowy, butyloglikol lub ich mieszaniny. Ciekły stan alkoholi ułatwia ich dozowanie i rozprowadzenie w masie reakcyjnej. Ewentualny nadmiar użytych alkoholi o temperaturze wrzenia niższej od 513 K (240°C) można łatwo usunąć z masy reakcyjnej na drodze destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem po uzyskaniu właściwych parametrów lepkości i liczby kwasowej. Ilość zastosowanego alkoholu do obniżenia lepkości żywicy jest proporcjonalna do stopnia obniżenia lepkości oraz wielkości liczby kwasowej i wynosi przeważnie od 0,2 do 1,5 mola na 1 kg wsadu. Systematyczne obniżanie lepkości żywicy w reaktorze po dodaniu alkoholi trwa zwykle 1—2 godzin, głównie w wyniku zmniejszania się zarówno wagowo jak i liczbowo średniej masy molekularnej.

Sposób wykorzystania wynalazku polega na do-

daniu do reaktora 0,2—1,5 mola alkoholu jednowodorotlenowego lub eteroalkoholu jednowodorotlenowego na każdy kilogram kondensowanej masy reakcyjnej od momentu wyraźnego przekroczenia dopuszczalnej lepkości do pierwszych oznak żelowania żywicy (żywice trudno rozpuszczające się w ksylenie) i prowadzenie procesu w temperaturze 463—523 K (190—250°C) korzystnie bez obiegu czynnika azeotropowego do czasu, gdy żywica nie wykazuje już tendencji do spadku lepkości.

Jeżeli obniżenie lepkości jest za duże, proces kondensacji prowadzi się dalej z obiegiem czynnika azeotropowego. W przypadku wystąpienia trudności w uzyskaniu żądanej lepkości dalszy proces kondensacji prowadzi się z dodatkiem 1—2% bezwodnika kwasowego lub kwasu dwukarboksylowego stosowanego do wytwarzania danej żywicy.

Przykład I. — 322 części wagowe kwasów tłuszczowych oleju talowego, 268 części wagowych gliceryny 99,5% ogrzewa się stale mieszając do temperatury 423 K (150°C). Po osiągnięciu tej temperatury dodaje się 410 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego i 30—50 części wagowych ksylenu jako czynnika azeotropującego wodę kondensacyjną.

Proces kondensacji prowadzi się w temperaturze 473 K (200°C) do stwierdzenia pierwszych oznak żelowania żywicy objawiającej się trudną rozpuszczalnością produktu o temperaturze 420 K (147°C) w ksylenie. Do masy reakcyjnej dodaje się natychmiast 5% w przeliczeniu na wsad reaktora alkoholu benzylowego tzn. 0,46 mola alkoholu na 1 kg wsadu.

Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 468—478 K (195—205°C) bez obiegu czynnika azeotropowego do czasu, gdy nie wykazuje już spadku lepkości, a lepkość 50% roztworu żywicy w ksylenie wynosi 600—1.300 m Pa·s w temperaturze 293 K (20°C).

Przykład II — 15,5 części wagowych oleju sojowego, 3,3 części wagowych pentaerytrytu ogrzewa się w reaktorze przy stałym mieszanii do temperatury 480 K (207°C), w której dodaje się 0,006 części wagowych glejty. Następnie podnosi się temperaturę do 523 K (250°C) i utrzymuje się ją przez okres 0,5—1,5 godziny aż do uzyskania rozpuszczalności próbki produktu alkoholizy w metanolu w stosunku 1:1 w temperaturze 293 K (20°C).

Po uzyskaniu klarownego roztworu obniża się temperaturę zawartości reaktora do 463 K (190°C) i w temperaturze tej dodaje się 6,8 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego. Proces kondensacji z obiegiem ksylenu prowadzi się w temperaturze 513 K (240°C) do czasu stwierdzenia pierwszych oznak żelowania objawiającej się trudną rozpuszczalnością żywicy o temperaturze 420 K (147°C) w benzynie lakowej C.

Do masy reakcyjnej dodaje się natychmiast 9% mieszaniny alkoholu oleinowego i benzylowego w stosunku 1,6:1 tzn. 0,41 mola mieszaniny alkoholi na 1 kg wsadu reaktora.

Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 503—513 K (230—240°C) bez obiegu czynnika azeotropowego przez 2—2,5 godziny do zakończenia się obniżania lepkości żywicy do wartości 900—1.400 m Pa·s w temperaturze 293 K (20°C) dla 60% roztworu żywicy w benzynie lakowej C.

Przykład III — 167 części wagowych oleju lnianego, 21 części wagowych gliceryny 99,5%, 17 części wagowych pentaerytrytu ogrzewa się w reaktorze przy stałym mieszanii do temperatury 480 K (207°C), w której dodaje się 0,06 części wagowych glejty. Następnie podnosi się temperaturę do 523 K (250°C) i utrzymuje się ją przez okres 0,5—1 godziny aż do uzyskania rozpuszczalności próbki produktu alkoholizy w metanolu w stosunku 1:2 w temperaturze 293 K (20°C).

Po uzyskaniu klarownego roztworu obniża się temperaturę zawartości reaktora do 463 K (190°C) i w tej temperaturze dodaje się 80 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego.

Proces kondensacji z obiegiem ksylenu prowadzi się w temperaturze 513 K (240°C) do stwierdzenia lepkości 3.100 m Pa·s w temperaturze 293 K (20°C) dla 60% roztworu żywicy w benzynie lakowej C. Zawartość reaktora natychmiast schładza się do temperatury 473—483 K (200—210°C) i dodaje się 5,2% alkoholu oktylowego tzn. 0,4 mola na 1 kg wsadu reaktora. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 478—488 K (205—215°C) bez obiegu czynnika azeotropowego do czasu osiągnięcia lepkości 900—1.400 m Pa·s w temperaturze 293 K (20°C) dla 60% roztworu żywicy w benzynie lakowej C.

Przykład IV — 181 części wagowych oleju lnianego, 20 części wagowych trójmetylopropanu, 21 części wagowych pentaerytrytu ogrzewa się w reaktorze przy stałym mieszanii do temperatury 480 K (207°C), w której dodaje się 0,06 części wagowych glejty.

Następnie podnosi się temperaturę do 523 K (250°C) i utrzymuje się ją przez okres 0,5—1 godziny aż do uzyskania rozpuszczalności próbki produktu alkoholizy w metanolu w stosunku 1:2 w temperaturze 293 K (20°C).

Po uzyskaniu klarownego roztworu obniża się temperaturę zawartości reaktora do 463 K (190°C) i w tej temperaturze dodaje się 75 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego.

Proces kondensacji z obiegiem ksylenu prowadzi się w temperaturze 513 K (240°C) do stwierdzenia lepkości 2.600—3.000 m Pa·s w temperaturze 293 K (20°C) dla 60% roztworu żywicy w benzynie lakowej C. Zawartość reaktora natychmiast schładza się do temperatury 463 K (190°C) i dodaje się 4,7% butyloglikolu, tzn. 0,4 mola na 1 kg wsadu reaktora.

Zawartość reaktora ogrzewa się przez okres 2—3 godzin w temperaturze 473—483 K (200—210°C) bez obiegu czynnika azeotropowego do czasu osiągnięcia lepkości 900—1.400 m Pa·s w temperaturze 293 K (20°C) dla 60% roztworu żywicy w benzynie lakowej C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób uzdatniania przekondensowanych żywic alkidowych modyfikowanych olejami roślinnymi lub kwasami tłuszczowymi tych olejów, **znamienny tym**, że w czasie procesu kondensacji po stwier-

dzeniu przekroczenia górnej dopuszczalnej granicy lepkości żywicy dodaje się 0,2—1,5 mola na każdy kilogram masy reakcyjnej alkoholu benzylo-
wego, oleinowego, oktylowego, butyloglikolu lub 5 ich mieszaniny i dalszy proces prowadzi się w temperaturze 463—523 K (190—250°C) do czasu uzyskania żądanej lepkości żywicy.