

URZĄD PATENTOWY



C10g 43/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21117.

Kl. 12 o, 1/01.

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

Sposób wytwarzania substancyj woskowatych.

Zgłoszono 4 sierpnia 1933 r.

Udzielono 21 lutego 1935 r.

Pierwszeństwo: 6 sierpnia 1932 r. dla zastrz. 1; 17 listopada 1932 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Dotychczas znane woski i substancje woskowate mają naogół tę wadę, że wykazują stosunkowo niski punkt topnienia.

Obecnie stwierdzono, że można wytwarzać substancje woskowate o wysokim punkcie topnienia z naturalnych lub sztucznych wosków, tłuszczów, olejów lub produktów utleniania naturalnych lub sztucznie wytworzonych wysokocząsteczkowych substancyj organicznych przez ogrzewanie w obecności katalizatorów, ułatwiających odszczepianie dwutlenku węgla. Powstające związki wysokocząsteczkowe, zawierające w cząsteczce znacznie większą liczbę atomów węgla, niż produkty wyjściowe, poddaje się uwodornianiu ewentualnie równocześnie z pierwszym zabiegiem albo po nim. Jako

materiały wyjściowe wchodzi w rachubę woski, jak pszczelny, Carnauba, Candelila, montanowy, szpik wielorybi, stearynian oktodecyłowy, olej oliwkowy, olej rycynowy, olej kokosowy, olej arachisowy, łój wołowy, oleje utwardzone lub podobne materiały. Można również stosować mieszaniny kwasów tłuszczowych, uzyskane z wymienionych materiałów przez zmydlenie. Zamiast naturalnych lub sztucznych wosków oraz zamiast zawartych w nich kwasów karbonowych można również stosować estry, wytwarzane z nich przez estryfikację, np. estry kwasów woskowych, jak estry metylowe, etylowe lub glikolowe kwasu montanowego, stearynowego, olejowego, wreszcie bezwodniki tych kwasów. Ponadto nadają

się, jako materiały wyjściowe, produkty, otrzymywane przez utlenianie stałych lub płynnych wysokocząsteczkowych węglowodorów parafinowych, np. parafiny twardej lub miękkiej, węglowodorów oleju skalnego, wosku ziemnego lub montanowego, olejów ciężkich, produktów, powstających przy uwodornieniu węgla lub mazi, i t. d. W rachubę wchodzi również produkty utleniania tłuszczów lub olejów, oleju soja, oliwy, oleju rycynowego, tranów, szpiku wieloryba i tak dalej. Produkty utleniania stanowią, zależnie od stosowanych warunków pracy, mieszaniny wysokocząsteczkowych kwasów tłuszczowych, aldehydów, ketonów, laktonów, estrów, estolidów. Wymienione produkty utleniania uzyskuje się np. w myśl niemieckich patentów Nr 405850, 566450 i 579988.

Proces według niniejszego wynalazku przeprowadza się np. w ten sposób, że materiały wyjściowe z dodatkiem katalizatorów, ułatwiających odszczepianie dwutlenku węgla, ogrzewa się do wyższych temperatur, np. do temperatury powyżej 200°C. Przy odszczepianiu dwutlenku węgla tworzą się związki alifatyczne o bardzo długich łańcuchach węglowych. Można przytem pracować pod ciśnieniem, najlepiej pod ciśnieniem wytworzonego w procesie dwutlenku węgla. Jako katalizatory można stosować nikiel, żelazo, mangan, siarczek wolframu, tlenek glinu lub ich mieszaniny. Katalizatory stosuje się najlepiej w postaci doskonale rozdrobnionej, często umieszczone na nośnikach o dużej powierzchni, np. krzemionce, żelu krzemionkowym, węglu aktywnym, ziemi bielącej, ewentualnie aktywowane przez dodatek np. tlenków potasowców lub ziem alkalicznych. Po skończonej reakcji oddziela się otrzymany produkt przez sączenie lub odstanie całkowicie lub częściowo od katalizatora; otrzymany produkt można nieraz bez dalszej przeróbki stosować w przemyśle, jako materiał woskowy. Bardziej cenne produkty otrzymuje się,

jeśli produkty, uzyskane opisanym sposobem, poddaje się następnie uwodornianiu wodorem w obecności katalizatorów, albo środkami chemicznymi, działającymi redukująco, jak sodem i alkoholem, cynkiem w obecności kwasu solnego i tak dalej. Do katalitycznego uwodorniania nadają się znane katalizatory, np. nikiel, miedź, kobalt, żelazo, siarczek molibdenu, siarczek wolframu, same lub z dodatkiem alkaliów żrących. Katalizatory stosuje się najlepiej w doskonałym rozdrobnieniu, również umieszczone na nośnikach o dużej powierzchni. Warunki pracy przy uwodornianiu zależą od każdorazowo stosowanych katalizatorów uwodorniających. Stosuje się przytem temperatury między 100° i 400°C, ciśnienia zaś między 10 i 200 atmosfer. Opisany proces najlepiej jest prowadzić, stosując katalizatory, powodujące zarówno tworzenie się związków o długich łańcuchach węglowych, jak również (w obecności wodoru) redukcję do alkoholi lub węglowodorów. Do tego celu nadają się katalizatory, zawierające żelazo, nikiel lub siarczek wolframu. Katalityczna kondensacja i jednocześnie katalityczne uwodornianie odbywa się z bardzo dobrą wydajnością. Osiąga się przytem równocześnie daleko posunięte oczyszczenie produktów wyjściowych, przyczem oczyszczenie jest tem lepsze, im energiczniejsze są warunki pracy, to znaczy, im większy jest czas ogrzewania, ilość i ciśnienie wodoru podczas uwodorniania, tak że z częściowo brązowych lub czarnych produktów wyjściowych otrzymuje się jasne, żółte a nawet bezbarwne produkty woskowe, które w zależności od rodzaju materiału wyjściowego, katalizatorów i warunków pracy wykazują większą lub mniejszą twardość. Katalityczne uwodornianie można również przeprowadzić w takich warunkach, iż otrzymuje się produkty, które prócz węglowodorów zawierają także alkohole.

Sposób powyższy daje duże korzyści przy przeróbce tranów, np. z fok lub wie-

loryba, oraz kwasów tłuszczowych, otrzymywanych z nich. Produkty te można w pierw utwardzać znanym sposobem i otrzymane produkty poddawać następnie katalitycznemu traktowaniu w wyższych temperaturach. Lepiej jest jednakowoż przeprowadzić produkty wyjściowe w pierw w nienasycone związki o długich łańcuchach, a następnie przeprowadzić przez katalityczne uwodornienie w węglowodory nasycone, drugorzędowe alkohole i tak dalej. Alkohole tworzą estry z nasyconymi (uwodornionymi) kwasami tłuszczowymi z tranów, tworząc cenne woski. Produkty o bardzo dobrych własnościach otrzymuje się sposobem według wynalazku, jeśli wosk montanowy lub produkty utleniania wosku, otrzymywane przez traktowanie wosku montanowego kwasem chromowym lub innymi środkami utleniającymi, np. kwasem azotowym, przeprowadza się w związki o wysokocząsteczkowych łańcuchach węglowych, które następnie poddaje się katalitycznemu uwodornianiu w takich warunkach, aby uzyskać produkty, zawierające prócz alkoholi także węglowodory. Naogół, korzystnie jest przeprowadzać ketonizację względnie ketonizację i uwodornianie w stosunkowo niskich temperaturach, np. 300°C. Przy takim postępowaniu otrzymuje się przede wszystkim produkty o dużej twardości. Giętkie, ciągliwe, plastyczne i bardziej podobne do ozokerytu produkty można wytworzyć, prowadząc kondensację, przebiegającą z wydzielaniem dwutlenku węgla, względnie ten proces i uwodornienie, w temperaturach wyższych, albo poddając produkty, uzyskane w temperaturze umiarkowanej, np. 300°C, działaniu termicznemu przez pewien okres czasu w wyższych temperaturach, np. 420°C.

Produkty woskowate, wytworzone w myśl wynalazku niniejszego, można stosować same albo razem z innymi środkami, np. woskami naturalnymi, we wszelkich gałęziach przemysłu, przetwarzającego wosk.

Dzięki własnościom, zbliżonym do własności ozokerytu, i dużej zdolności pobierania rozpuszczalników, nadają się one do wytwarzania past do obuwnia i mas do froterowania, ponadto do apretury i impregnacji materiałów włókienniczych wszelkiego rodzaju, jak wełny, bawełny, jedwabiu sztucznego, papieru i tym podobnych. Dzięki wysokiemu naogół punktowi topnienia można je stosować wszędzie tam, gdzie stawia się specjalne wymagania pod względem odporności wosków. Można je również stosować jako dodatek w celu polepszenia własności małowartościowych lub łatwotopliwych wosków lub parafin. Dzięki ich obojętnemu charakterowi można je stosować z korzyścią same albo razem z olejami mineralnymi jako smary do maszyn i tak dalej. Dzięki dobrym własnościom izolacyjnym nadają się one również jako tworzywa w przemyśle elektrotechnicznym, np. jako materiał izolacyjny przy wytwarzaniu kabli, cewek, rdzeni magnesów, kondensatorów i tak dalej.

Przykład I. 1000 części bronzowo zabarwionego wosku montanowego, traktowanego kwasem chromowym, o punkcie topnienia 83°C, liczbie kwasowej 107 i liczbie zmydlenia 143 ogrzewa się w obecności 200 części krzemionki i 30 części proszku żelaznego, mieszając, do 310°C. Następnie podwyższa się temperaturę powoli do 360°C. Otrzymuje się produkt brunatny, posiadający po odsączeniu katalizatora punkt topnienia ponad 100°C. Przez katalityczne uwodornienie powyższego produktu przy 300 atm. i w 250°C, z zastosowaniem katalizatora, otrzymanego przez rozdzielenie 20 części niklu na 80 części krzemionki, otrzymuje się czysty, bezbarwny, twardy produkt o następujących cechach: punkt topnienia 104°C, liczba kwasowa 0, liczba zmydlenia 0, liczba hydroksylowa 2. A więc jest to praktycznie czysty, wysokotopliwy węglowodór. Produkt posiada tę cenną zaletę, że pod-

wyższa znacznie punkt topnienia parafiny, kwasu stearynowego, alkoholi tłuszczowych, wosku pszczelnego, łoju już przy małym dodatku, np. w ilościach $2,5 \div 5\%$.

Przykład II. 1000 części produktu brunatnego, otrzymanego działaniem kwasu chromowego na wosk montanowy, o liczbie kwasowej 98 i liczbie zmydlenia 146 ogrzewa się z 50 częściami proszku żelaznego, uzyskanego przez rozkład cieplny karbonylku żelaza, oraz katalizatorem, składającym się z 10 części niklu i 40 części krzemionki, w autoklawie do 280°C . Po 4 godzinnym traktowaniu traktuje się mieszaninę reakcyjną wodorem przy 200 atm. tak długo, aż ustanie pobieranie wodoru. Uzyskany w ten sposób produkt woskowy posiada następujące cechy: punkt topnienia 93°C , liczba kwasowa 0, liczba zmydlenia 4,2.

Przykład III. 1000 części ciemno brązowego produktu, otrzymanego przez zmydlenie pozbawionego żywicy wosku montanowego ługiem sodowym, oddestylowanie niezmydlonych części i zakwaszenie produktu zmydlenia kwasem mineralnym (liczba kwasowa 110, liczba zmydlenia 124), ogrzewa się z 100 częściami opilek żelaznych w autoklawie przez 6 godzin, mieszając, do 280°C , przyczem od czasu do czasu zmniejsza się ciśnienie w naczyniu. Następnie wtłacza się do autoklawu wódór pod ciśnieniem 200 atm. i mieszaninę reakcyjną miesza dalsze 2 godziny, przyczem temperatura spada powoli do 270°C . Otrzymuje się w ten sposób produkt reakcji o liczbie kwasowej 5,6 oraz liczbie zmydlenia 8,4.

Produkt reakcji oddziela się od opilek żelaznych i traktuje w 270°C i przy 200 atm. wodorem w obecności katalizatora, składającego się z 20 części niklu, 80 części krzemionki i 20 części karborafiny. W ten sposób otrzymuje się bardzo twardy produkt o jasnożółtej barwie i o następujących cechach: punkt topnienia 100°C ,

liczba kwasowa 0, liczba zmydlenia 1,5. Produkt powyższy nadaje się do utwardzania miękkiej parafiny.

Przykład IV. 1000 części produktu, otrzymanego przez wybielenie kwasem chromowym wosku montanowego i następną estryfikację większej części wolnych kwasów woskowych przy pomocy alkoholu metylowego, o punkcie topnienia 73°C , liczbie kwasowej 17 i liczbie zmydlenia 175 traktuje się w autoklawie, mieszając, w 270°C , 70 częściami pyłku żelaznego, wytworzonego z karbonylku żelaza, przyczem należy zważać na to, aby ciśnienie nie przekroczyło 20 atm. Otrzymuje się jasnobrunatny produkt reakcji o punkcie topnienia 88°C . Przez katalityczne uwodornienie wodorem z zastosowaniem katalizatora, składającego się z niklu i krzemionki, w 250°C i przy 20 atm. otrzymuje się produkt o punkcie topnienia 95°C , liczbie kwasowej 0 i liczbie zmydlenia 3.

Przykład V. 1000 części szarego wosku Carnauba o liczbie kwasowej 9 i liczbie zmydlenia 80 ogrzewa się z 100 częściami proszku żelaznego w autoklawie przez 5 godzin, mieszając, w $270^{\circ} \div 290^{\circ}\text{C}$, przyczem wytwarzające się ciśnienie zmniejsza się od czasu do czasu przez rozprężenie autoklawu. Liczba estrowa produktu wyjściowego spada z 72 na 14. Przez uwodornienie produktu reakcji w obecności katalizatora, składającego się z niklu i krzemionki, otrzymuje się produkt woskowy o jasnej barwie i punkcie topnienia 80°C , liczbie kwasowej 0 i liczbie zmydlenia 3. Przez oddestylowanie niskowrzących składników można uzyskać około 60%, w stosunku do produktu wyjściowego, twardego woskowego produktu o słabożółtej barwie i o punkcie topnienia 90°C .

Przykład VI. 1000 części wagowych wosku montanowego, wybielonego przez utlenianie kwasem chromowym, o liczbie kwasowej 110, liczbie zmydlenia 143 i punkcie topnienia 84°C ogrzewa się przez

10 godzin w temperaturze $280^{\circ} \div 300^{\circ}\text{C}$, mieszając, z 100 częściami wagowymi proszku kobaltowego, uzyskanego przez redukcję węglanu kobaltu. Brunatny produkt reakcji o liczbie kwasowej 5,6, liczbie zmydlenia 8,4 i punkcie topnienia 94°C uwodornia się z dodatkiem 10% katalizatora, składającego się z niklu i krzemionki, w temperaturze 250°C i przy 100 atm., przy czym otrzymuje się jasny produkt, składający się głównie z parafin o następujących cechach: liczba kwasowa 0, liczba zmydlenia 1,4, punkt topnienia 96°C .

Przykład VII. Kwas montanowy, wybielony przez utlenienie kwasem chromowym, prowadzi się w stanie stopionym w temperaturze 310°C nad opilkami żelaznymi. Najlepiej postępuje się w ten sposób, iż stopioną masę prowadzi się przez katalizator kilkakrotnie przez przepompowywanie masy. Otrzymany produkt, składający się zasadniczo z mieszaniny ketonów wysokocząsteczkowych, uwodornia się przy udziale katalizatora niklowego przez przepuszczanie drobno rozdzielonego wodoru. Można również zastąpić opilki żelazne objętym środkiem wypełniającym, jednak w tym przypadku ściany naczynia reakcyjnego muszą być wykonane ze środka, działającego katalitycznie, np. żelaza.

Przykład VIII. 4500 części wagowych produktu utlenienia, uzyskanego przez traktowanie wosku montanowego kwasem azotowym, o następujących cechach: liczba kwasowa 175, liczba zmydlenia 195, punkt topnienia 77°C , ogrzewa się, mieszając, z 400 częściami wagowymi proszku żelaznego z karbonylką żelaza, do temperatury 300°C . Otrzymany produkt o liczbie kwasowej 11,2, liczbie zmydlenia 18,2 i punkcie topnienia 95°C traktuje się wodorem w 300°C i przy 200 atm. przy zastosowaniu 20% katalizatora, składającego się z niklu i krzemionki. Otrzymuje się produkt jasnobronzowy o punkcie topnienia 96°C , o liczbie kwasowej 0 i liczbie zmydlenia 4,2.

Przykład IX. Wosk montanowy, po-traktowany kwasem chromowym w ilości niewystarczającej do zupełnego wybielenia (75 części bezwodnika kwasu chromowego na 100 części wosku montanowego), przeprowadza się przez ogrzewanie z drobno rozdzielonym żelazem w mieszaninę ketonów. 10 części wagowych uzyskanej bronzowej masy o cechach: liczba kwasowa 4, liczba zmydlenia 14, punkt topnienia 97°C , rozpuszcza się w 100 częściach wagowych bezwodnego alkoholu amyłowego i do ogrzanego do wrzenia roztworu dość szybko wprowadza się, mieszając, 5,5 części wagowych sodu w małych kawałkach. Po skończonej reakcji ochładza się nieco i wprowadza do płynnej jeszcze mieszaniny, mieszając, w stosunku 1 : 2, rozcieńczony kwas siarkowy. Tworzą się dwie warstwy: górna, składająca się z mieszaniny wytworzonych wysokocząsteczkowych drugorzędowych alkoholi i alkoholu amyłowego, i dolna, utworzona z kwaśnego wodnego roztworu siarczanu sodu. Po oddzieleniu wodnego roztworu traktuje się mieszaninę alkoholu amyłowego i wysokocząsteczkowych alkoholi drugorzędowych parą wodną aż do zupełnego usunięcia alkoholu amyłowego, przy czym otrzymuje się produkt żółtobronzowy, składający się głównie z wysokocząsteczkowych alkoholi drugorzędowych o następujących cechach: liczba kwasowa 0, liczba hydroksylowa 95, punkt topnienia 88°C .

Przykład X. 3,3 kg wosku montanowego, bielonego kwasem chromowym, ogrzewa się z 100 g proszku żelaznego w temperaturze 310°C w ciągu 6 godzin, mieszając. Uzyskany produkt o liczbie kwasowej 4 i liczbie zmydlenia 15 traktuje się następnie w obecności tego samego katalizatora w temperaturze 380°C i przy 200 atm. wodorem w ilości 4 m^3 na godzinę w ciągu 4 godzin. Otrzymuje się twardy, jasny produkt o punkcie topnienia 100°C , liczbie kwasowej 0 i liczbie zmydlenia 0.

Przykład XI. 3000 części wosku montanowego, pozbawionego żywicy, ogrzewa się z 200 częściami wiórków żelaznych w temperaturze 320°C, mieszając, w ciągu 15 godzin, przyczem otrzymuje się mieszaninę reakcyjną, zawierającą ketony, o liczbie kwasowej 5,6 i liczbie zmydlenia 14. Po oddzieleniu żelaza przez osadzenie uwodornia się mieszaninę, zawierającą ketony, w obecności 80 części siarczku molibdenu, umieszczonego na 160 częściach krzemionki, w temperaturze 380°C i przy 200 atm., przyczem otrzymuje się brązowy produkt, składający się głównie z węglowodorów o punkcie topnienia 94°C, liczbie kwasowej 1,4 i liczbie zmydlenia 2,8.

Przy powtórnej uwodornianiu z dodatkiem świeżego katalizatora otrzymuje się bezbarwny produkt o liczbie kwasowej 0, liczbie zmydlenia 0 i punkcie topnienia 95°C.

Przykład XII. 4750 części produktu, uzyskanego przez utlenienie wosku montanowego kwasem azotowym i zawierającego większe ilości kwasów wielokarbonowych (liczba kwasowa 210, liczba zmydlenia 236, punkt topnienia 76°C), ogrzewa się, mieszając, z 400 częściami proszku żelaznego w temperaturze 290°C. Otrzymany produkt posiada liczbę kwasową 7 i liczbę zmydlenia 14. Produkt, uwolniony od żelaza przez osadzanie, uwodornia się następnie w obecności katalizatora, składającego się z miedzi i krzemionki, w temperaturze 370°C i przy 200 atm., przyczem otrzymuje się jasną mieszaninę węglowodorów o liczbie kwasowej 0, liczbie zmydlenia 0 i punkcie topnienia 102°C. Jeśli uwodornianie przeprowadza się w temperaturze 425°C, otrzymuje się produkt biały, znacznie bardziej ciągliwy i plastyczny, o punkcie topnienia 95°C.

Przykład XIII. 600 części wagowych łożu wołowego o liczbie kwasowej 0, liczbie zmydlenia 189, punkcie topnienia 47°C miesza się w zamkniętym naczyniu z 50

częściami wagowymi proszku żelaznego w temperaturze 230° ÷ 260°C. Po 3 godzinach otrzymuje się produkt o liczbie kwasowej 4,2, liczbie zmydlenia 11,2 i punkcie topnienia 62°C, który poddaje się uwodornianiu wodorem w 260°C i przy 30 atm. w obecności katalizatora, składającego się z molibdenu i chromu, przyczem otrzymuje się prawie bezbarwną mieszaninę, składającą się głównie z parafin o punkcie topnienia 63°C.

Przykład XIV. 600 części wagowych oliwy ogrzewa się z 50 częściami wagowymi proszku żelaznego z karbonylku żelaza przez 4 godziny w autoklawie w temperaturze 230° ÷ 270°C. Otrzymuje się w ten sposób produkt reakcji o następujących cechach: liczba kwasowa 4,2, liczba zmydlenia 14, punkt topnienia około 40°C. Przez katalityczne uwodornianie powyższego produktu w obecności katalizatora niklowego w 250°C i przy 80 atm. wodorem otrzymano produkt bezbarwny, podobny do parafiny, o liczbie kwasowej 0, liczbie zmydlenia 2,8 i punkcie topnienia 63°C.

Przykład XV. 1000 części wagowych surowej płynnej mieszaniny ciemnozabawionych kwasów tłuszczowych tranowych o przykrym zapachu, o liczbie kwasowej 180 i liczbie zmydlenia 186 ogrzewa się z 50 częściami proszku żelaznego i 100 częściami wagowymi katalizatora, składającego się z niklu i krzemionki, o zawartości 20% metalicznego niklu, w autoklawie w obecności wodoru przy 200 atm. i w 110°C, mieszając przez 1 godzinę. Następnie traktuje się utwardzony produkt bez zastosowania wodoru i ciśnienia w 270°C, mieszając przez 2 godziny, i uwodornia otrzymany produkt w tej samej temperaturze wodorem pod ciśnieniem 200 atm. bez dodawania nowego katalizatora. Otrzymuje się produkt jasnożółty, składający się z węglowodorów nasyconych o następujących własnościach: liczba kwasowa 0, liczba zmydlenia 2,8, punkt topnienia 68°C.

Przykład XVI. 5000 części wagowych tranu z foki o liczbie kwasowej 14 i liczbie zmydlenia 196 traktuje się w obecności 300 części wagowych katalizatora, składającego się z niklu i krzemionki, o zawartości 20% niklu, wodorem przez 1 godzinę w 140°C i przy 20 atm., a następnie po dodaniu 200 części wagowych proszku żelaznego ogrzewa się bez zastosowania wodoru i ciśnienia do 290°C, mieszając. Otrzymuje się produkt o następujących własnościach: liczba kwasowa 14, liczba zmydlenia 5,6, punkt topnienia 73°C. Produkt powyższy traktuje się 8% kobaltu metalicznego w postaci proszku w 185°C i wodorem pod ciśnieniem 200 atm., przyczem otrzymuje się masę woskową o barwie jasnożółtej, składającą się głównie z alkoholi, o następujących własnościach: liczba kwasowa 0, liczba zmydlenia 0, liczba hydroksylowa 91, punkt topnienia 75°C.

Jeśli drugie uwodornianie przeprowadza się w 290°C i pod ciśnieniem 200 atm., otrzymuje się bezbarwny produkt, podobny do parafiny, o punkcie topnienia 66°C. Jeśli do mieszaniny ketonów, poddawanej uwodornianiu, dodać małe ilości mieszaniny ketonowej, uzyskanej przez traktowanie utlenionego wosku montanowego katalizatorami w podwyższonej temperaturze, otrzymuje się parafiny o wyższym punkcie topnienia, np. ponad 80°C.

Produkty o charakterze parafiny, uzyskane sposobem podanym, nadają się bardzo dobrze do wytwarzania mas do froterowania, przyczem można je stosować zamiast ozokerytu. Przewyższają one np. ozokeryt pod względem zdolności pobierania oleju, przyczem nadają one masom konsystencję maści. Do osiągnięcia pożądanego efektu wystarczy nieraz dwa razy mniej produktu, otrzymanego według niniejszego wynalazku, niż ozokerytu. Naprzykład, na 30 części produktu, uzyskanego według sposobu, opisanego w patencie Nr 563394, i składającego się z mieszaniny 2 cz. estru

z glikolu i kwasu montanowego oraz 1 części soli wapniowej kwasu montanowego, 40 części wagowych zwykłej parafiny o punkcie topnienia 50/52°C i 600 części wagowych namiastki terpentyny, potrzeba 30 części wagowych ozokerytu, aby otrzymać masę o odpowiedniej konsystencji. Taki sam efekt osiąga się przez dodanie tylko 15 części wagowych produktu, otrzymanego według przykładu XVI.

Przez dodanie większej ilości produktu, uzyskanego według przykładu XVI, do wosku twardego i zwykłej parafiny można nadzwyczajnie zwiększyć zdolność pobierania oleju tak, iż można wytwarzać masy do froterowania, zawierające tylko 14% składników stałych. Mieszaninę taką otrzymuje się np. z 30 części wagowych produktu, składającego się z mieszaniny, zawierającej około 2 części estru kwasu montanowego i glikolu i 1 części soli wapniowej kwasu montanowego, 40 części wagowych zwykłej parafiny (punkt topnienia 50/52°C), 700 części namiastki terpentyny i 30 części wagowych produktu woskowego, otrzymanego w myśl przykładu XVI.

Powyższa masa posiada konsystencję maści o świetnej zdolności wiązania oleju. Jeśli natomiast w powyższym przykładzie zastąpi się produkt woskowy ozokerytem, otrzymuje się miękką półpłynną masę, nie nadającą się jako masa do froterowania.

Przykład XVII. 1000 części wagowych produktu utleniania twardej parafiny, płynnego w temperaturze zwykłej, o liczbie kwasowej 242 i liczbie zmydlenia 256 przeprowadza się w mieszaninę ketonów przez ogrzewanie z 50 częściami wagowymi proszku żelaznego z karbonylku żelaza w autoklawie żelaznym przez cztery godziny do 200° ÷ 250°C. Otrzymany produkt o liczbie kwasowej 7, liczbie zmydlenia 11,2, punkcie topnienia 56°C uwodornia się następnie wodorem w 175°C i przy 200 atm. w obecności 8% katalizatora kobaltowego, przyczem otrzymuje się jasnożółty produkt

o liczbach następujących: liczba kwasowa 1,4, liczba zmydlenia 7, liczba hydroksylowa 104, punkt topnienia 68°C. Przy zastosowaniu wyższych temperatur i katalizatora niklowego otrzymuje się produkt, składający się głównie z parafin.

Przykład XVIII. 600 części wagowych żywicy płynnej z przeróbki celulozy, utwardzonej wodorem w obecności katalizatora, zawierającego nikiel i krzemionkę, o liczbie kwasowej 172, liczbie zmydlenia 176 i punkcie topnienia 58°C ogrzewa się, mieszając, z 50 częściami wagowymi proszku żelaznego z karbonyłku żelaza przez 4 godziny do temperatury 260°C. Otrzymuje się mieszaninę ketonową o następujących właściwościach: liczba kwasowa 35, liczba zmydlenia 46 i punkt topnienia 76°C. Produkt ten miesza się bez oddzielania katalizatora żelaznego z 50 częściami katalizatora, składającego się z niklu i krzemionki, o zawartości 20% niklu i traktuje wodorem w temperaturze 270°C i przy 80 atm. Otrzymany stop sączy się następnie i otrzymuje bezbarwny produkt woskowaty, składający się głównie z węglowodorów o następujących cechach: liczba kwasowa 0, liczba zmydlenia 1,4, punkt topnienia 67°C.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania substancyj woskowatych, znamienny tem, że naturalne lub sztuczne woski, zwłaszcza wosk montanowy, albo otrzymane z nich produkty przemiany, zawierające jeszcze składniki estrowe, ogrzewa się w obecności katalizatorów, ułatwiających odszczepianie dwutlenku węgla, ewentualnie pod ciśnieniem, powstające zaś produkty kondensacji poddaje się, ewentualnie, uwodornieniu.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że zamiast wosków poddaje się przeróbce naturalne lub sztuczne tłuszcze lub oleje, albo uzyskane z nich przez zmydlenie lub rozszczepianie surowe mieszaniny kwasów tłuszczowych, albo też produkty utleniania naturalnych lub sztucznie wytworzonych wysokocząsteczkowych substancyj organicznych, zawierające grupy karboksylowe.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.