

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Razred 12 (5)

Izdan 1. Aprila 1929.

PATENTNI SPIS ŠT. 5754

Consortium f. elektrochemische Industrie G. m. b. H., München.

Postopek za polymerizacijo vinyl-spojnin.

Prijava z dne 13. novembra 1926.

Velja od 1. maja 1928.

Zahtevana prvenslvena pravica z dne 14. novembra 1925. (Nemčija).

Polymerizacija vinyl-estrov potom razgrevanja ob prisotnosti katalizatorjev je reakcija, ki burno poteka ob znatnem toplotnem izlonu. Vsled tega dosedaj ni bilo mogoče obvladati to reakcijo in jo prevesti v tehničnem merilu. Pri delu z velikim množinami je bil poleg tega še nerešen problem, kako odvajati zadosti hitro velike množine toplote iz slabo provodne reakcijske mase, ki postaja vlečnotekoča. Potek reakcije je lahko mogel dobiti eksploziven karakter.

Našli smo, da se morejo te težkoče premagati in da se more prevesti reakcija v poljubno velikem merilu tehnično pripravno, varno in tudi kontinuirno, ako se tvorbo različnih polymerizacijskih stopenj razdeli tudi prostorninsko in časovno v različne stopnje.

Delati se more n. pr. tako, da se vedno samo mal razlomek množin, ki se imajo pretvoriti, nahaja v zelo burnem reakcijskem stadiju, medtem ko se izven tega reakcijskega stadija izvede nadaljna polymerizacija celokupne množine brez nevarnosti. Ta del reakcije se more v slučaju potrebe poljubno dalje podrazdeliti. Na ta način se more osvobodjena reakcijska toplota z lahko obvladati. Ta toplota se izkoristi za reakcijo s tem, da svež dotelejajoči mrzel vinyl-ester dovaja na reakcijsko temperaturo in odganja v reakcijskem produktu preostale neizpremenjene ostanke vinyl-estra.

V tem slučaju zadostuje, da se z zakurjenjem male množine započne reakcija, pa se morejo brez dovajanja zunanje toplote presnoviti poljubno velike množine. Po uvodu reakcije se dovaja produkt drugi in eventualno tretji posobi, kjer se izvrši nadalji del pretvorbe. S pomočjo toplote, nastajajoče v teh nadaljnjih fazah reakcije, se izpari del še nepolymeriziranega estra. S tem se oslabi naknadna reakcija, poveča se presnova in zviša koncentracija končnega produkta, izparjeni vinyl-ester pa se more procesu v krogotoku zopet dovajati. Pri tej izvedbi postopka, pri katerem je bilo dosedaj odvajanje reakcijske toplote tehnično nerešen problem, se more sedaj celo na višku polymerizacijskega procesa dovajati še dodatna toplota od zunaj v svrhu povečanja efekta, in to brez nevarnosti.

Primer I. 500 g zmesi vinyl-acetata z 1% benzol-superoxyda se v posodi z vsebino 1 litra dovede potom dovajanja toplote od začetne polymerizacije. Po uvodu polymerizacije se pusti kontinuirno dotekati toliko nove mrzle reakcijske zmesi, da ostane vsebina posode v vrenju brez dovajanja toplote od zunaj. Dotelejajoči zmesi enako množino tekočine pustimo istočasno kontinuirno odtekati v drugo večjo posodo. V prvi posodi se vrši uvod polymerizacije, v drugi posodi pa se vršijo nadaljne faze polymerizacije. Na ta način se prav lahko presnovi dnevno 50 kg vinyl-acetata.

Pri tem primeru ni bilo potrebno nobeno nadaljno dovajanje toplote, razvem začetnega enkratnega razgrelja 500 g reakcijske zmesi. Nastajajoča reakcijska toplota služi za kurjenje mrzlega svežega oz. kondenziranega vinyl-estra in se da lahko regulirati s samim primernim udešenjem dotoka za sveži reakcijski produkt.

Primer II. Reakcija se izvrši tako, kakor v primeru I, vendar s to razliko, da se vsebini prve reakcijske posode stalno dovaja še toplota potom električne notranje kurjave. Pri dovajanju 130-ih vatlov na uro se more dnevna produkcija povečati na 200 kg.

Pri izvedbi postopka se je pokazalo, da ima za posebne svrhe prednost izvršitev polymerizacije v prisotnosti tekoče ali plinaste snovi. Tekoča snov more biti bodisi samo raztopilno oz. razredčevalno sredstvo n. pr. alkohol, ali taka snov, ki vpliva na reakcijo specifično kemično n. pr. ledeni očet, ki reakcijo pospešuje, ali taka snov, ki vsled tvorbe parnih zmesi učinkuje fizikalno, n. pr. acetali. Iz med plinastih snovi se morejo voliti indiferentne, kakor n. pr. dušik za odključenje zraka v neki reakcijski fazi ali v svrhu, da se omogoči delo ob tlaku ali pa se volijo plini, ki specifično vplivajo na reakcijo, kakor n. pr. kisik vsebujoči plini. Dostop zraka pod izvestnimi okolnostmi olajšuje uvod in provedbo reakcije. Zdi se, da provajanje kisika skozi reagirajočo zmes izpreminja lastnosti polymerizacijskih produktov, n. pr. z ozirom na njihovo elastičnost.

Primer III. Naredimo zmes 89% vinyl-

acetata z 10% ledenega octa in s po 0.33% acetaldehida, paraldehida in kalium-acetata. Pričenja se s 500 g te zmesi in se dela kakor pri primeru I. Dobi se raztopina polymeriziranega vinyl-acetata v ledenem octu.

Pri predležečem postopku je tudi mogoče, prekiniti polymerizacijski proces v neki zaželeni stopnji, bodisi zato da se pridobijo slabše polymerizirani produkti, bodisi n. pr. pri delu v prisotnosti raztopilnih sredstev v svrhu pridobivanja raztopin različnih polymerizacijskih oz. viskoznostnih stopenj, bodisi zato, da se nadaljuje polymerizacijski proces ob izpremenjenih pogojih.

Patentni zahtevi:

1. Postopek za polymerizacijo vinyl-spojnin v danem slučaju v prisotnosti katalizatorjev, označen s tem, da se izvede polymerizacija v stopnjah.

2. Postopek po zahtevu 1, označen s tem, da se od kasnejših stopenj oddestilirajoči izhodni produkt dovaja prejšnjim stopnjam, v danem slučaju v krogotoku.

3. Postopek po zahtevih 1 in 2, označen s tem, da se vsem ali posameznim stopnjam dovaja toplota.

4. Postopek po zahtevih 1 do 3, označen s tem, da se izvede polymerizacija v prisotnosti indiferentnih ali specifično učinkujočih lekočin ali plinov.

5. Postopek po zahtevih 1 do 4, označen s tem, da se polymerizacijo prekine na zaželeni polymerizacijski stopnji.

6. Postopek po zahtevih 1 do 5, označen s tem, da se dela kontinuirno.