



РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **23 433** (13) **С1**

(51) МПК

C09F 5/06 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: а 20190104, 09.04.2019

(43) Дата публикации заявки: 30.12.2020

(46) Дата публикации: 30.06.2021

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске:

SU 166803, 1964.

SU 311954, 1971.

SU 185879, 1966.

JP 1-129097 А, 1989.

(71) Заявитель(и):

Учреждение образования "Белорусский
государственный технологический
университет" (ВУ)

(72) Автор(ы):

Яблонская Екатерина Игоревна,
Прокопчук Николай Романович (ВУ)

(73) Патентообладатель(и):

Учреждение образования "Белорусский
государственный технологический
университет" (ВУ)

(54) Способ получения дегидратированного касторового масла для синтеза алкидно - стирольных пленкообразователей

(57) Реферат:

Способ получения дегидратированного касторового масла для синтеза алкидно-стирольных пленкообразователей, при котором проводят дегидратацию касторового масла азеотропным методом в токе инертного газа с использованием растворителя о-ксилола без его

возврата в реактор в присутствии катализатора бисульфата натрия или калия со ступенчатым нагревом, при котором реакцию массу сначала нагревают до 210-220 °С, выдерживают при такой температуре в течение 1 ч, после чего температуру в реакторе постепенно поднимают до 260 °С в течение 40 мин и выключают нагрев.

В
У
2
3
4
3
3
С
1

В
У
2
3
4
3
3
С
1



BELARUS PATENT OFFICE

(19) **BY** ⁽¹¹⁾ **23 433** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.

C09F 5/06 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **a 20190104**, **09.04.2019**

(43) Application published: **30.12.2020**

(46) Publication date: **30.06.2021**

(56) References cited:

SU 166803, 1964.

SU 311954, 1971.

SU 185879, 1966.

JP 1-129097 A, 1989.

(71) Applicant(s):

Uchrezhdenie obrazovaniya "Belorusskiy gosudarstvennyy tekhnologicheskiy universitet" (BY)

(72) Inventor(s):

**Yablonskaya Ekaterina Igorevna ,
Prokopchuk Nikolay Romanovich (BY)**

(73) Proprietor(s):

Uchrezhdenie obrazovaniya "Belorusskiy gosudarstvennyy tekhnologicheskiy universitet" (BY)

(54) **A method of obtaining dehydrated castor oil for the synthesis of alkyd - styrene film formers**

(57) Abstract:

The invention relates to the production of dehydrated castor oil and can be used as a substitute for drying oils in the paint and varnish industry for the modification of alkyd oligomers

that can be used for the synthesis of energy-saving alkyd-styrene film formers used to create quick-drying primers and natural drying enamels, and in other paint and varnish compositions.

Описание изобретения

5

Изобретение относится к получению дегидратированного касторового масла и может быть использовано в качестве заменителя высыхающих масел в лакокрасочной промышленности для модификации алкидных олигомеров, которые можно использовать для синтеза энергосберегающих алкидно-стирольных пленкообразователей, используемых для создания быстросохнущих грунтовок и эмалей естественной сушки, и в других лакокрасочных составах.

10

Известен способ дегидратации касторового масла по патенту [1], по которому дегидратацию касторового масла осуществляют при температуре 220-260 °С под вакуумом (остаточное давление 80-60 мм рт. ст.) в присутствии катализатора - четвертичной соли аммония типа $[R_3NH]^+ \cdot HSO_4^-$ (R - алкильный радикал) в течение 1 ч. Недостатком данного способа является необходимость проведения процесса под вакуумом с использованием не широко распространенного катализатора, что значительно усложняет технологию получения в промышленных условиях, а также требует использования дополнительного оборудования.

15

20

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту является способ получения дегидратированного касторового масла [2], согласно которому касторовое масло в присутствии катализатора ($NaHSO_4$ или др.) и растворителя, например ксилола, для азеотропной отгонки (с возвратом обезвоженного растворителя в реактор) нагревают до 200-220 °С и выдерживают при этой температуре в течение 1 ч, затем температуру повышают до 260-280 °С в течение 1 ч 15 мин. Недостатком данного способа является необходимость в проведении дегидратации при высоких температурах в течение длительного времени, что усложняет процесс получения дегидратированного касторового масла в промышленных условиях, а также увеличивает расход электроэнергии, что повышает энергоемкость продукции.

25

30

Технической задачей данного изобретения является сокращение продолжительности получения дегидратированного касторового масла и получение конечного продукта, характеризующегося светлым цветом, высоким значением йодного числа и низкой вязкостью.

35

Для решения поставленной задачи предлагается способ получения дегидратированного касторового масла для синтеза алкидно-стирольных пленкообразователей, включающий дегидратацию касторового масла азеотропным методом в токе инертного газа с использованием растворителя о-ксилола без его возврата в реактор в присутствии катализатора бисульфата натрия или калия со ступенчатым нагревом, при котором реакционную массу сначала нагревают до 210-220 °С, выдерживают при такой температуре в течение 1 ч, после чего температуру в реакторе постепенно поднимают до 260 °С в течение 40 мин и выключают нагрев.

40

Для дегидратации используют касторовое масло, соответствующее ГОСТ 6757-96, в качестве катализатора - бисульфат натрия технический по ГОСТ 6053-77 или бисульфат калия по ГОСТ 4223-75. Для создания азеотропной смеси - ксилол нефтяной марки Б по ГОСТ 9410-78 изм. 1-3. Для проведения процесса в токе инертного газа - азот газообразный по ГОСТ 9293-74.

45

Получение гомогенных продуктов сополимеризации алкидных олигомеров со стиролом сопряжено с рядом трудностей. Эти сополимеры получаются гомогенными лишь в том случае, если в состав рецептуры алкидных пленкообразователей входит достаточное количество жирнокислотных радикалов, обладающих сопряженными двойными связями. Касторовое масло преимущественно содержит рицинолеву кислоту, в результате дегидратации которой получают изомеры линолевой кислоты с сопряженными и изолированными двойными связями, имеющими высокую реакционную способность к окислительной полимеризации и формированию покрытия в тонком слое в естественных условиях. Поэтому дегидратированное касторовое масло применяют для модификации алкидных олигомеров, которые можно использовать для синтеза быстросохнущих алкидно-стирольных смол.

50

55

Для дегидратированного касторового масла для синтеза алкидно-стирольных пленкообразователей важными характеристиками являются цвет, йодное число и вязкость.

60

В процессе отщепления воды от касторового масла вязкость уменьшается, а йодное число увеличивается. Однако при дальнейшей выдержке масла при высокой температуре йодное число масла с увеличением вязкости уменьшается, что указывает на процесс полимеризации или образования поперечных связей по месту двойных связей, которые образовались в результате дегидратации, то есть если касторовое масло подвергнуто глубокой дегидратации, то число сопряженных двойных связей в нем уменьшается, и оно плохо сополимеризуется со стиролом. Поэтому предложен способ получения дегидратированного касторового масла для синтеза алкидно-стирольных пленкообразователей, характеризующегося наибольшим значением йодного числа и минимальной вязкостью.

65

Для уменьшения количества побочных реакций, а именно реакции окисления, протекающей при контакте продуктов реакции с парами воды и кислородом воздуха, предложено использовать способ азеотропной отгонки реакционной воды в среде инертного газа. При этом получается светлый продукт, содержащий сопряженные двойные связи, обладающий низкой вязкостью. Осуществление процесса при более низкой температуре (до 260 °С) также способствует получению низковязкого продукта за счет уменьшения доли реакции полимеризации.

Оптимально подобранное количество катализатора позволяет получить продукт, удовлетворяющий требованиям, предъявляемым к дегидратированному касторовому маслу, которые необходимы для успешного синтеза алкидно-стирольных пленкообразователей: высокое содержание сопряженных двойных связей и низкая вязкость.

Предлагаемый способ осуществляют следующим образом.

В реактор, снабженный механической мешалкой, штуцером для ввода инертного газа, термометром, конденсатором и сборником азеотропной смеси без возврата растворителя в реактор, загружают касторовое масло, катализатор бисульфат натрия или калия и о-ксилол для азеотропной отгонки реакционной воды. Включают обогрев, перемешивание, подачу инертного газа и охлаждающую систему, обеспечивающую конденсацию азеотропной смеси. Реакционную массу нагревают до 210-220 °С и выдерживают ее при такой температуре в течение 1 ч. Далее температуру в реакторе постепенно поднимают до 260 °С в течение 40 мин и выключают нагрев.

Получено и исследовано дегидратированное касторовое масло по способу, указанному выше и приведенному в формуле изобретения. Сравнение основных параметров дегидратированных касторовых масел, полученных по предлагаемому способу и по прототипу, представлено в таблице.

| Показатели | Способ по прототипу | Предлагаемый способ |
|---|---------------------|---------------------|
| Цвет по йодометрической шкале, мг J ₂ /100 г, не более | 80 | 60 |
| Вязкость по Брукфильду при 20 °С, сПз, не более | 370 | 300 |
| Йодное число по Вобурну, мг I ₂ /100 г, не менее | 129 | 135 |

Изготовленное заявленным способом дегидратированное касторовое масло имеет более светлый цвет по йодометрической шкале, что расширяет область применения данного продукта для получения пигментированных лакокрасочных материалов.

Разработанное дегидратированное касторовое масло обладает низкой вязкостью, то есть невысокой молекулярной массой, что позволит молекулам сохранить кинетическую подвижность цепи и облегчит протекание реакции алкоолиза при синтезе алкидных олигомеров, а также будет способствовать получению алкидных пленкообразователей с невысокой вязкостью, что положительно повлияет на процесс сополимеризации со стиролом.

По предлагаемому способу получено дегидратированное касторовое масло, имеющее высокое значение йодного числа, что свидетельствует о большом количестве кратных связей, это приведет к получению алкидных пленкообразователей с высокой ненасыщенностью, что является необходимым условием для сополимеризации со стиролом и формирования покрытия в результате окислительной полимеризации в естественных условиях.

Предложенный способ получения дегидратированного касторового масла для синтеза алкидно-стирольных пленкообразователей позволяет уменьшить время дегидратации на 35 мин, а также получить дегидратированное касторовое масло, обладающее светлым цветом, высоким значением йодного числа и низкой вязкостью. Сокращение продолжительности процесса дегидратации приведет к экономии энергоресурсов и снижению себестоимости продукции на основе дегидратированного касторового масла.

Основными потребителями могут стать предприятия лакокрасочной промышленности, занимающиеся синтезом пленкообразователей, с использованием стандартного оборудования, используемого в цехах для получения лаков на основе поликонденсационных смол.

Источники информации:

1. SU 311954, 1971.
2. SU 166803, 1964 (прототип).

Формула изобретения

Способ получения дегидратированного касторового масла для синтеза алкидно-стирольных

5 пленкообразователей, при котором проводят дегидратацию касторового масла азеотропным методом в токе инертного газа с использованием растворителя о-ксилола без его возврата в реактор в присутствии катализатора бисульфата натрия или калия со ступенчатым нагревом, при котором реакцию массу сначала нагревают до 210-220 °С, выдерживают при такой температуре в течение 1 ч, после чего температуру в реакторе постепенно поднимают до 260 °С в течение 40 мин и выключают нагрев.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65